



KfK 2463  
März 1978

# **Entwicklung von Ölverbrauchsmeßmethoden für Kolbenmaschinen unter Verwendung der Radionuklidtechnik**

G. Fritzsche  
Laboratorium für Isotopentechnik

**Kernforschungszentrum Karlsruhe**

Als Manuskript vervielfältigt  
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE  
Laboratorium für Isotopentechnik

KfK 2463

ENTWICKLUNG VON ÖLVERBRAUCHSMESSMETHODEN FÜR KOLBENMASCHINEN  
UNTER VERWENDUNG DER RADIONUKLIDTECHNIK <sup>+</sup>

G. Fritzsche

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH., Karlsruhe

<sup>+</sup> von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe  
genehmigte Dissertation

[Faint, illegible text covering the majority of the page, possibly bleed-through from the reverse side.]

## Entwicklung von Ölverbrauchsmeßmethoden für Kolbenmaschinen unter Verwendung der Radionuklidtechnik

### Zusammenfassung

Selektiver Ölverbrauch findet statt, wenn leichter siedende Ölanteile stärker verbraucht werden als schwerer siedende. Der Einfluß dieses Verbrauchsmechanismus wird an Verbrennungskraftmaschinen und Luftkompressoren untersucht.

Für die Messung des Ölverbrauchs an Maschinen mit nennenswertem selektiven Ölverbrauch wurden 2 Meßsysteme entwickelt. Sie arbeiten mit einer Tritiummarkierung des Öls. Der Nachweis des Tritium erfolgt in Gas- bzw. Flüssigphase.

Für die Messung des Ölverbrauchs an Maschinen mit vernachlässigbar geringem selektiven Ölverbrauch wurden ebenfalls zwei Meßsysteme entwickelt. Beim ersten System wird das Öl mit  $^{65}\text{Zn}$  markiert. Das verbrauchte Öl wird in einem Aktivkohlefilter aufgefangen, die Strahlung des  $^{65}\text{Zn}$  wird mit einem Plastikszintillationsdetektor nachgewiesen.

Das zweite System arbeitet mit dem ohnehin in Motorölen enthaltenen Zn als Markierungssubstanz. Das verbrauchte Öl wird in einem Aktivkohlefilter aufgefangen, der Zinkgehalt mit Hilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse ausgemessen.

The Development of Methods to Measure the Oil Consumption of Piston Engines by means of Radionuclide Techniques

### Abstract

Selective oil consumption takes place when more low boiling fractions of a lubricating oil are consumed than higher boiling fractions. The influence of this oil consumption mechanism was examined for internal combustion engines and piston type air compressors.

Two measuring systems were developed for cases where significant selective oil consumption is expected. Both employ Tritium labelled lubricating oil. The radiation from the Tritium in the oil consumed is detected in a gaseous or liquid phase.

For cases where negligible selective oil consumption is expected another two measuring systems were developed. The first system uses oil labelled with radioactive  $^{65}\text{Zn}$ . Oil consumed is adsorbed in an activated carbon filter, and the radiation from the  $^{65}\text{Zn}$  in the filter is detected with a plastic scintillator detector. The second system uses normal Zn which is a regular component of lubricating oils for combustion engines. Oil consumed is again adsorbed in an activated carbon filter, but in this case the Zn is detected by X-ray fluorescence spectroscopy.

# I N H A L T S V E R Z E I C H N I S

	Seite
1. EINLEITUNG	1
1.1 Problemstellung	1
1.2 Stand der Ölverbrauchsmeßtechnik	1
1.2.1 Volumen- und Gewichtsmeßmethoden	1
1.2.2 Tracer-Meßmethoden	2
1.2.3 Bewertung der Meßmethoden	3
1.3 Ziel der Arbeit	4
2. MECHANISMUS DES ÖLVERBRAUCHS UND ÖLVERÄNDERUNGEN WÄHREND DES BETRIEBS	5
2.1 Modell des Ölverbrauchs	5
2.2 Selektiver Ölverbrauch	6
3. ANFORDERUNGEN AN EINE ÖLMARKIERUNG	16
4. SUCHE NACH MARKIERUNGSNUKLIDEN UND ÜBERPRÜFUNG IHRER VERWENDBARKEIT	18
4.1 Auswahl nach physikalischen Gesichtspunkten	18
4.2 Auswahl nach chemischen Gesichtspunkten	19
4.3 Untersuchungen von Zinkdialkyldithiophos- phaten (ZDTP) im Motor	21
4.4 Untersuchungen von ZDTP bei der Destillation	23
5. ÖLVERBRAUCHSMESSYSTEME FÜR KOLBENMASCHINEN MIT NENNENSWERTEM SELEKTIVEN ÖLVERBRAUCH	28
5.1 Meßmethode	28
5.2 Ölmarkierung	29
5.2.1 Herstellung der Ölmarkierung	29
5.2.2 Stabilität der Markierung	35
5.3 Meßeinrichtung für Tritiummessung in der Gasphase	38

	Seite
5.3.1 Anordnung und Funktionsweise	38
5.3.2 Druck und Temperatur des Detektors	43
5.3.3 Mischungsverhältnis Methan-Abgas und Wassergehalt	46
5.3.4 Eichungen	50
5.3.5 Ölverbrauchsmessungen	51
5.4 Meßeinrichtung für Tritiummessung in der Flüssigphase	55
5.4.1 Anordnung und Funktionsweise	55
5.4.2 Ölverbrauchsmessungen	59
5.5 Vergleich der Ölverbrauchsmßeinrichtungen mit Flüssigszintillations- und Gasdetektor	63
6. ÖLVERBRAUCHSMESSYSTEME FÜR KOLBENMASCHINEN MIT VERNACHLÄSSIGBAR KLEINEM SELEKTIVEM ÖLVERBRAUCH	65
6.1 Ölverbrauchsmßeßsystem mit $^{65}\text{Zn}$ -Markierung	65
6.1.1 Meßmethode	65
6.1.2 Ölmarkierung	65
6.1.2.1 Verhalten des ZDTP im Kompressor	65
6.1.2.2 Herstellung der Markierung	66
6.1.2.3 Stabilität der Markierung	68
6.1.3 Meßeinrichtung	69
6.1.3.1 Anordnung und Funktionsweise	69
6.1.3.2 Detektor und Meßelektronik	71
6.1.3.3 Filter und Filterwerkstoffe	73
6.1.4 Ölverbrauchsmessungen	78
6.2 Ölverbrauchsmßeßsystem mit inaktiver Zn-Markierung	81
6.2.1 Meßmethode	81
6.2.2 Ölmarkierung	82
6.2.3 Meßeinrichtung	82
6.2.4 Ölverbrauchsmessungen	84
6.3 Vergleich der Ölverbrauchsmßeßsysteme mit aktiver und inaktiver Zinkmarkierung	85



	Seite
7. ZUSAMMENFASSUNG	86
8. LITERATURVERZEICHNIS	90
ANHANG	

## 1. E I N L E I T U N G

### 1.1 Problemstellung

Die Kosten für das Motorenöl machen etwa 5-10% der Betriebskosten in PKW-Motoren aus. Bei großen Dieselanlagen, die einen geringen spezifischen Verbrauch an billigem Kraftstoff haben, sind Öle mit hohen Additivanteilen nötig, so daß der Betriebskostenanteil der Öle oft erheblich höher liegt.

Ölverbrauch und Verschleiß im Kolben-Zylinderbereich von Hubkolbenmaschinen sind stark miteinander gekoppelt. Bei unzureichender Schmierung verschleiß die Reibpartner sehr stark, wodurch die Lebensdauer der Anlage herabgesetzt wird, bzw. kostspielige Reparaturarbeiten mit damit verbundenen Ausfallzeiten notwendig werden. Über die Zusammenhänge zwischen Ölverbrauch und Verschleiß ist noch relativ wenig bekannt. Hier könnte eine gute Ölverbrauchsmeßmethode entscheidend weiterhelfen. Dies gilt besonders für die Verschleißvorgänge beim Einlauf. Auch die Ablagerungsbildung am Kolben, die zum Ausfall der Anlage führen kann, hängt mit dem Ölhaushalt zusammen.

Die genaue Kenntnis des Ölverbrauchs im Zusammenhang mit den aufgezeigten Themenkreisen ermöglicht die Optimierung konstruktiver Maßnahmen und der Formulierung von Schmierölen, wodurch erhebliche Einsparungen von Geld und Material erzielt werden können.

### 1.2 Stand der Ölverbrauchsmeßtechnik

#### 1.2.1 Volumen- und Gewichtsmeßmethoden

Mit Hilfe von Meßstäben oder kalibrierten Schaugläsern wird die Standhöhe des Öls in der Ölwanne bestimmt. Da geringe Höhenstandsunterschiede großen Volumenänderungen entsprechen, ist diese Methode sehr ungenau und erfordert lange Meßzeiten. Durch Ölverschäumung und temperaturbedingte Volumenänderung werden die Ergebnisse oft unkontrollierbar verfälscht [10].

In bestimmten Laufzeitintervallen wird das Öl abgelassen und gewogen. Aus der Gewichts-differenz ergibt sich der Ölverbrauch.

Diese Methode erfordert einen großen Zeitaufwand. Je größer und verzweigter das Ölkreislaufsystem ist, umso größer sind auch die Meßwertstreuungen. Temperatur und Viskosität des Öls verfälschen die Meßwerte [3,8,10,13] .

In der Ölwanne wird ein Überlauf angebracht und somit ein konstanter Höhenstand des Öls in der Wanne aufrechterhalten. In den Ölkreislauf ist eine Meßölwanne eingebaut. Diese wird kontinuierlich gewogen. Da im Ölsumpf nicht das Gewicht sondern das Volumen konstant gehalten wird, ergeben sich wiederum Fehler durch Ölverschäumung und temperaturabhängige Volumenänderung [10,13] . Bei einer Variation dieser Meßmethode wird mit einer Trockensumpfschmierung gearbeitet. In diesem Fall liegen ganz andere Verhältnisse in Bezug auf das Ölangebot vor, wodurch der Ölverbrauch sicherlich beeinflusst wird [1,2,8,9,10,13] .

### 1.2.2 Tracer-Meßmethoden

Bei diesen Verfahren wird dem Öl eine Markierungssubstanz beigemischt, deren Konzentration im Abgas gemessen wird und aus der sich mit anderen Meßdaten (Luftansaugstrom, Kraftstoffstrom, Temperaturen u.a.) der Ölverbrauch berechnen läßt.

Dem Öl werden ca. 0,5 Gew.% Natrium in Form von Na-Seifen zugesetzt. Dem Abgas entnimmt man einen Teilstrom, der mit einem konstanten Luftstrom vermischt, einem Flammenphotometer zugeführt wird. Die Intensität der Na-Linie ist das Meßsignal für den Ölverbrauch. Ablagerungen des Natrium verfälschen die Meßwerte. Die Tracerausbeute am Flammenphotometer ist von den Motorbetriebsbedingungen abhängig [15] .

Ein Teil der Wasserstoffatome im Öl wird durch radioaktiven Wasserstoff (Tritium) ersetzt. Der Abgasleitung des Motors wird ein Teilstrom entnommen, nachverbrannt und so stark heruntergekühlt, daß das Wasser auskondensiert. Dieses Wasser enthält Tritium, das aus dem verbrauchten Öl stammt. Die einzelnen Proben werden mit Hilfe der Flüssigszintillationsmessung auf ihren Tritiumgehalt untersucht [4,5,6,7,19] . Bei einer Variante dieser Meßmethode wird der Abgasteilstrom mit Methan vermischt und der

Tritiumgehalt in einem Proportionalzähler in der Gasphase kontinuierlich gemessen [14,16]. Ein Problem besteht in der schwierigen Meßbarkeit der niederenergetischen  $\beta$ -Strahlung des Tritiums.

Die Ölverbrauchsmessung mit Kohlenstoff-14-Tracer gleicht der Tritiummessung in der Gasphase. Die Markierung des Öls mit radioaktivem Kohlenstoff ist sehr aufwendig und teuer[6].

Dem Öl wird das Radionuklid  $^{82}\text{Br}$  in Form von 1,2-Dibromoktadekan zugesetzt. Bei der Verbrennung bildet sich Bromwasserstoff. Dieser wird mit dem gesamten Abgas durch einen Behälter mit Natronlauge geführt, wo das  $^{82}\text{Br}$  gebunden wird. Der Natronlauge wird diskontinuierlich eine Probe entnommen, die in einem NaJ-Bohrlochkristall auf den Gehalt an  $^{82}\text{Br}$  untersucht wird [11]. Die kurze Halbwertszeit von 35,4 h erschwert die Messungen. Ein Vorteil ist die gute Meßbarkeit der  $\gamma$ -Strahlung.

Das Öl wird mit  $^{131}\text{J}$  markiert. Die Abgase werden durch Kaliumjodidlösung geleitet, wo  $^{131}\text{J}$  gebunden wird. Der  $^{131}\text{J}$ -Gehalt wird entweder diskontinuierlich durch Probenahme oder kontinuierlich im Durchfluß mit einem Szintillationsdetektor gemessen [17]. Dieses Verfahren hat prinzipiell die gleichen Vor- und Nachteile wie die  $^{82}\text{Br}$ -Methode.

Die im Öl enthaltenen Zinkadditive werden mit  $^{65}\text{Zn}$  dargestellt und dem Öl zugesetzt. Dem Abgasstrom wird ein Teil kontinuierlich entnommen. Dieser Teilstrom tritt durch Glasfiberfilter, die diskontinuierlich im NaJ-Bohrlochkristall auf ihren  $^{65}\text{Zn}$ -Gehalt untersucht werden [12]. Die  $\gamma$ -Strahlung des Zink-65 ist sehr gut meßbar. Die Tracerausbeute am Filter ist von den Betriebsbedingungen des Motors abhängig.

### 1.2.3 Bewertung der Meßmethoden

Alle Meßmethoden, die den Ölverbrauch durch Volumen oder Gewichtsänderung bestimmen, haben gemeinsame Mängel:

- a) Durch Kraftstoffverdünnung und Rußeintrag gelangt in das Öl eine zusätzliche Masse.

- b) Durch Ölverschäumung wird das Volumen des Öls vergrößert.
- c) Es läßt sich nur der Ölverbrauch des gesamten Motors messen, nicht jedoch die Verbräuche einzelner Zylinder.

Für viele Anwendungsfälle sind diese Verfahren daher gar nicht oder nur unzureichend brauchbar.

Tracer-Meßmethoden haben diese Mängel nicht und damit kommt ihnen besondere Bedeutung zu. Sie bergen jedoch die Gefahr einer solchen Markierung, bei der nicht für alle Betriebsbedingungen sichergestellt ist, daß Ölverbrauch und Tracerverbrauch einander proportional sind. Bei den Arbeiten [11 - 15] und [17] wurde in diesem Sinne falsch markiert. In den anderen Arbeiten wird über die Art der Markierung entweder keine Aussage getroffen, oder die Richtigkeit der Markierung wird nicht überprüft.

### 1.3 Ziel der Arbeit

Es sind Radionuklidmeßverfahren zu entwickeln, mit denen der Ölverbrauch von Hubkolbenmaschinen bestimmt werden kann. Unter Ölverbrauch wird hier die Masse des eingesetzten Öls verstanden, die die Maschine durch die Abgasleitung verläßt.

Die Verfahren sollen alle Vorteile des Tracer-Verfahren haben und die aus früheren Arbeiten erkannten Fehler und Mängel vermeiden. Der Mechanismus des Ölverbrauchs und sich daraus ergebende Konsequenzen sind daher von besonderer Wichtigkeit. Es sind zu erwartende Ölveränderungen während des Betriebs zu untersuchen, so daß Öle derart markiert werden können, daß Tracerverbrauch und Ölverbrauch unter allen Betriebsbedingungen einander proportional sind.

Solche Markierungen sollen vorgenommen und im Betrieb überprüft werden.

Es sollen Meßanordnungen erstellt und mit richtig markierten Ölen praktische Messungen durchgeführt werden.

## 2. MECHANISMUS DES ÖLVERBRAUCHS UND ÖLVERÄNDERUNGEN WÄHREND DES BETRIEBS

### 2.1 Modell des Ölverbrauchs

Von Undichtigkeiten abgesehen ist der Verbrennungsraum die Stelle, wo Öl verbraucht wird. Dorthin kann es auf zwei Wegen gelangen: Über

1. Ventile - Ventilführung
2. Kolben - Zylinderwand

In welchem Verhältnis sich der Ölverbrauch auf diese Wege aufteilt hängt stark von der Bauweise und dem Zustand des Motors ab. Die Reibstelle zwischen Ventilschaft und Ventilführung muß ausreichend geschmiert sein, um erhöhten Verschleiß zu verhindern. Das Öl, das diese Aufgabe übernimmt, hat damit Zugang zum Verbrennungsraum. Am geöffneten Auslaßventil strömen die heißen Gase vorbei und verbrennen das dort haftende Öl. Der Unterdruck im Ansaugtakt zieht Öl zwischen Schaft und Führung des Einlaßventils zum Verbrennungsraum hin. Das vorbeiströmende Kraftstoff-Luft-Gemisch (bzw. die Luft) reißt Öl mit, das dann fein verteilt und mit Luft vermischt im Arbeitstakt mitverbrennt. Bei diesen Vorgängen fließt also ein kleiner Ölstrom zum Verbrennungsraum, wo er ganz verbraucht wird.

Die Art des Ölverbrauchs über den Weg Kolben Zylinder unterscheidet sich von den Vorgängen an den Ventilen. Hier handelt es sich um ein Zweiwegproblem. Ein Ölstrom, der in der Größenordnung von 1000 mal höher als der Ölverbrauch ist, wird aus dem Sumpf durch die Kolben-Zylinderzone an die Zylinderwand im Verbrennungsraum und wieder zurück in den Sumpf gefördert. Das Öl kann sowohl zwischen Zylinderwand und Ringlauffläche als auch hinter den Ringen (Pumpwirkung) an die Zylinderwand im Verbrennungsraum gelangen. Die Ölfilmdicke an der Zylinderwand beträgt einige  $\mu\text{m}$  [20,23]. Die hohen Temperaturen und der Unterdruck im Ansaugtakt ermöglichen ein Verdampfen vorwiegend bei den niedrig siedenden Ölanteilen.

Neben diesem Siedeverlust kann Öl auf "rein mechanischem" Weg verbraucht werden. Öltröpfchen, die auf dem obersten Ring haften, können, z.B. beim Anlagewechsel der Ringe in den Nuten im oberen Totpunkt, eine Beschleunigungskraft erfahren, die größer als ihre Haftkraft ist. Dies hängt stark von der örtlichen Viskosität des Öls ab. Die damit zusammenhängende Tröpfchengröße ändert das Verhältnis Haftkraft zu Fliehkraft.

Je nach Betriebsbedingungen, Bauweise und Zustand eines Motors und verwendeter Ölart treten die verschiedenen Verbrauchsmechanismen unterschiedlich stark hervor.

## 2.2 Selektiver Ölverbrauch

Unter selektivem Ölverbrauch soll ein Mechanismus verstanden werden, nach dem leichter siedende Ölanteile stärker verbraucht werden als schwerer siedende.

Wenn dieser Mechanismus in einer Maschine einen starken Einfluß hat, muß bei der Markierung des Öls mit einem Tracer diesem Verhalten Rechnung getragen werden. Somit kommt diesen Untersuchungen zentrale Bedeutung zu.

Entsprechend der Siedelage eines Öls, der Art der Kolbenmaschine und den Betriebsbedingungen, ist dieser Mechanismus stark unterschiedlich ausgeprägt. Besonders groß ist sein Einfluß bei Ölen niedriger Siedelage in Verbrennungskraftmaschinen mit hohen Saugrohrunterdrücken und hohen Zylinderwandtemperaturen. Unter diesen Bedingungen kann ein erhöhter Anteil des Öls aus dem Film an der Zylinderwand ausdampfen und somit verbraucht werden.

Wenn ein Öl diesem Verbrauchsmechanismus unterliegt, muß sich die Siedelinie während des Motorlaufs ändern. Die leichtflüchtigen Bestandteile des Öls fehlen in einem Altöl zu einem größeren Anteil als schwerer siedende, d.h. die Siedelinie eines Öls verschiebt sich mit zunehmender Laufzeit zu höheren Temperaturen.

Zum Nachweis dieses Mechanismus wurde im Motor B ein Test gefahren, der aus den drei Teilen "Heißtest", "Mittlerer Dreh-

zahltest" und "Kalt-Warm-Test" besteht (Betriebsbedingungen siehe Anhang). Die Frisch- und Altöle aus den drei Einzelläufen wurden nach DIN 51356 destilliert und die ermittelten Siedelinien miteinander verglichen. Bild 1 zeigt die Siedelinien des 10 W 40 Frischöls und des Öls nach 36 Stunden Betriebszeit im "Heißtest".

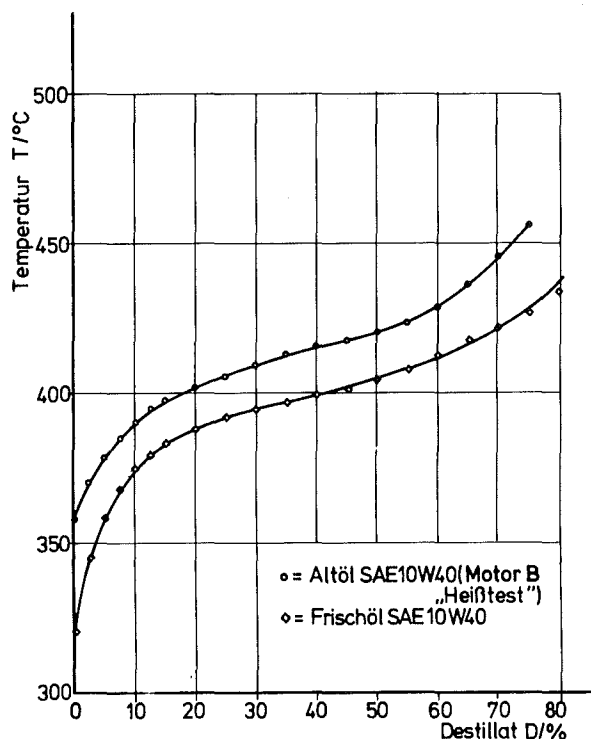


Bild 1: Siedelinien eines Frischöls und des zugehörigen Altöls aus dem "Heißtest"

Obgleich während der Laufzeit mehrfach Frischöl nachgefüllt wurde, ergibt sich eine deutliche Verschiebung der Siedelinie zu höheren Temperaturen. Beim "Mittleren Drehzahltest" und beim "Kalt-Warm-Test" sind ebensolche Verschiebungen, wenn auch geringer, zu bemerken. Bild 2 zeigt diese Temperaturverschiebungen für die drei Testläufe.



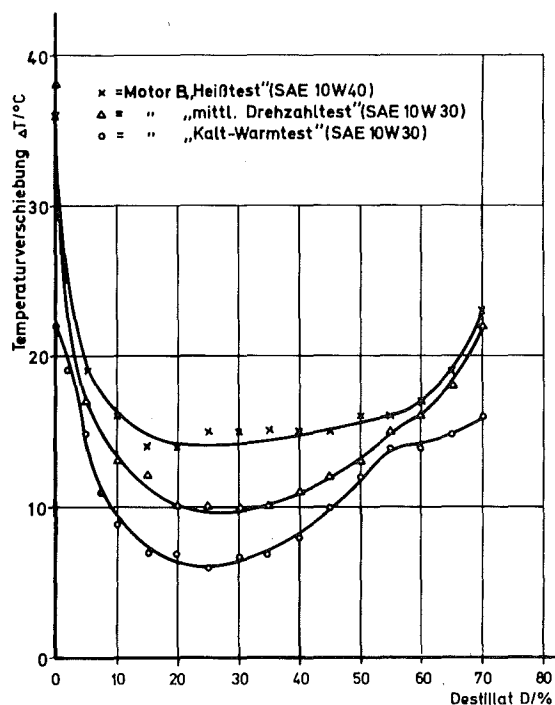


Bild 2: Temperaturverschiebungen der Siedelinien durch die 3 Läufe des Kombi-Tests

Besonders deutlich ist die Verschiebung bei den leichtest siedenden Anteilen. So setzt der Siedebeginn des Altöls aus dem "Heißtest" ca. 35°C später ein als beim Frischöl. Das bedeutet, daß die leichtest siedenden 5% des Öls vollständig verbraucht sind.

Aus den Siedelinien konnte die Ölverbrauchsdichtekurve  $\frac{dS}{dD} = f(D)$  des selektiven Ölverbrauchs ermittelt werden. Dabei ist S der Ölanteil in % des Gesamtöls, der in der Betriebszeit selektiv verbraucht wurde.

Die Kurven wurden zunächst exakt berechnet. Da jedoch die Destillation nur einen Bereich bis zu 80% des Öls erfaßt, wurde der letzte Bereich sehr ungenau. Aus den errechneten Kurvenverläufen wurden durch Glättung die hier gezeigten Kurven ermittelt (Bild 3).

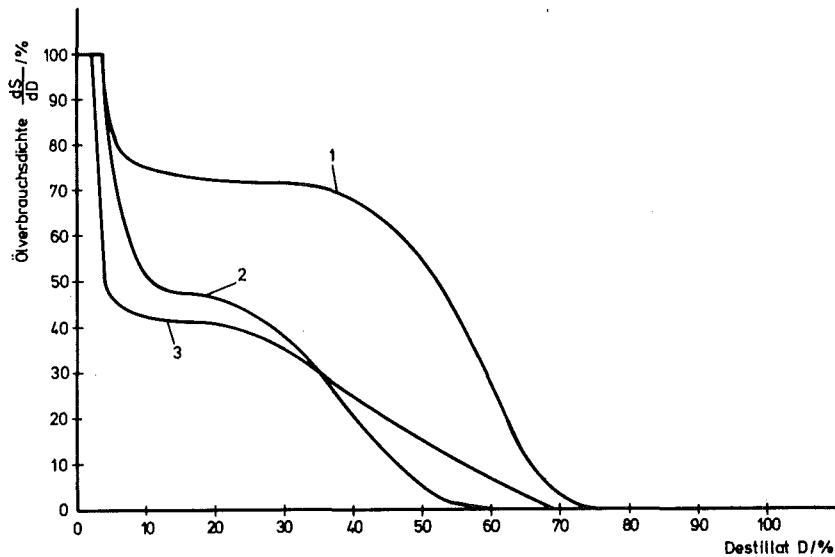


Bild 3: Ölverbrauchsichtekurven (Motor B) 1-"Heißtest", 2-"Mittl. Drehzahltest", 3-"Kalt-Warm-Test"

Mit diesen Werten und den Daten der Frischölsiedelinien wurden die Siedelinien der Altöle berechnet, um durch den Grad der Übereinstimmung mit den gemessenen Siedelinien eine Aussage über die Güte der Ölverbrauchsichtekurven zu erhalten. Die Bilder 4 - 6 zeigen diese Siedelinien (durchgezogen: Gemessen; punktiert: Berechnet).

Zur Erhärtung dieser Ergebnisse und um das selektive Ölverbrauchsverhalten in Abhängigkeit von der Ölbetriebszeit und bei verschiedenen Maschinen zu erfassen, wurde eine weitere Versuchsserie durchgeführt: Für jeden Versuchslauf wurde nur eine bestimmte Fraktion des Öls radioaktiv markiert. (Tritium direkt in die Ölmoleküle eingebaut). Tabelle 1 gibt an, in welchem Siedebereich die Öle markiert wurden. Als Versuchsmotor für die erste Testserie diente der Motor B bei  $4000 \text{ min}^{-1}$  und Vollast. Es wurden nacheinander die Fraktionen 1,3,5 und 12 untersucht.

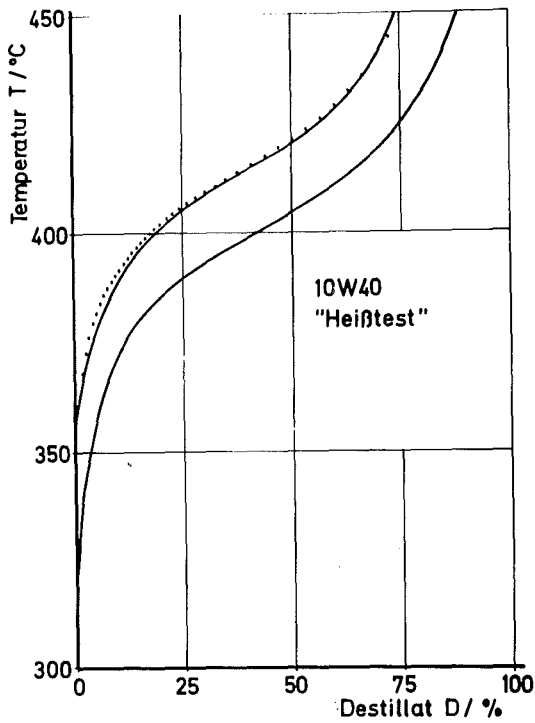


Bild 4: Vergleich zwischen gerechneter (punktiert) und gemessenen (durchgezogen) Siedelinien von Altöl aus dem "Heißtest" und dem dazugehörigen Frischöl

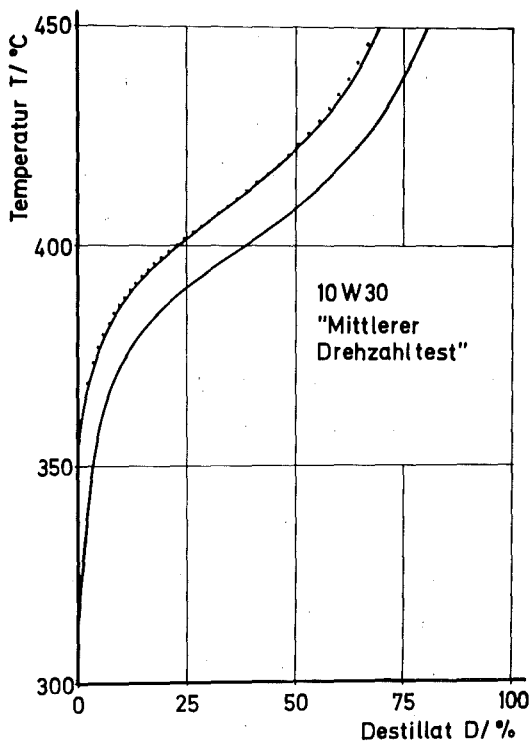


Bild 5: Vergleich zwischen gerechneter (punktiert) und gemessenen (durchgezogen) Siedelinien von Altöl aus dem "Mittlerer Drehzahltest" und dem dazugehörigen Frischöl

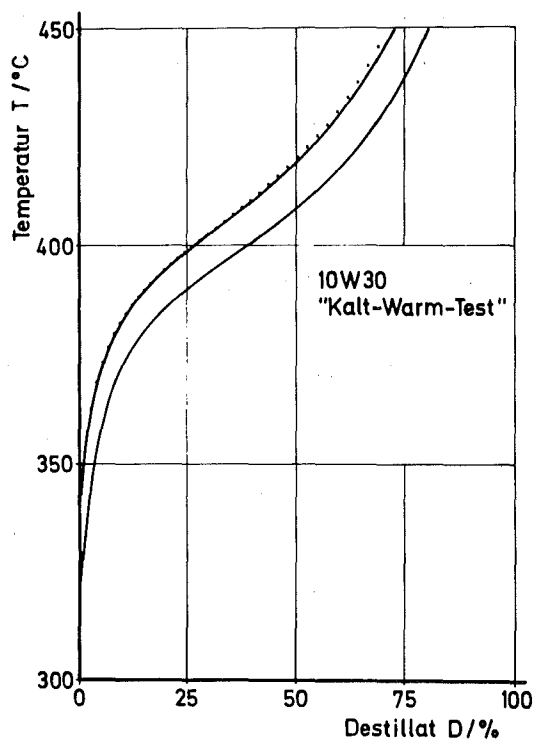


Bild 6: Vergleich zwischen gerechneter (punktiert) und gemessenen (durchgezogen) Siedelinien von Altöl aus dem "Kalt-Warm-Test" und dem dazugehörigen Frischöl

Tabelle 1:

Fraktion	Siedebereich (um °C)
1	330
3	360
5	385
9	450
12	> 500

Bild 7 zeigt die Verläufe der spezifischen Ölaktivität über der Öllaufzeit. (Öllaufzeit ist die Zeit, während das Öl im Motor ist und der Motor läuft.)

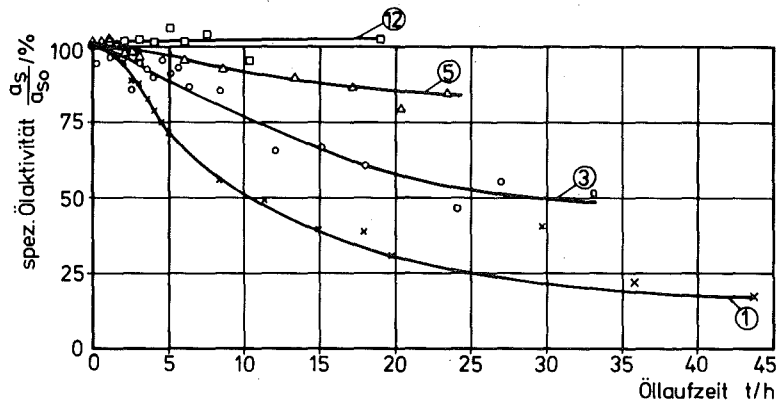


Bild 7: Änderung der spez.Ölaktivität mit der Öllaufzeit (Motor B). ① -Nummer der markierten Fraktion

Je höher der Siedebereich der untersuchten Fraktion ist, umso geringer ist ihr Verbrauch. Bereits nach 10 Stunden Laufzeit (dabei die ersten 1,5 h wegen technischer Schwierigkeiten noch keine volle Leistung) ist die leicht siedende Fraktion 1 bereits zu 50% verbraucht.

Bild 8 / 9 zeigt die Ergebnisse für den wassergekühlten Motor D und für den luftgekühlten Motor C. Bei diesen Kurven wird deutlich, daß der selektive Ölverbrauchsmechanismus bei den um ca. 50°C höheren Zylinderwandtemperaturen des luftgekühlten Motors gegenüber dem wassergekühlten wesentlich stärker ausgeprägt ist.

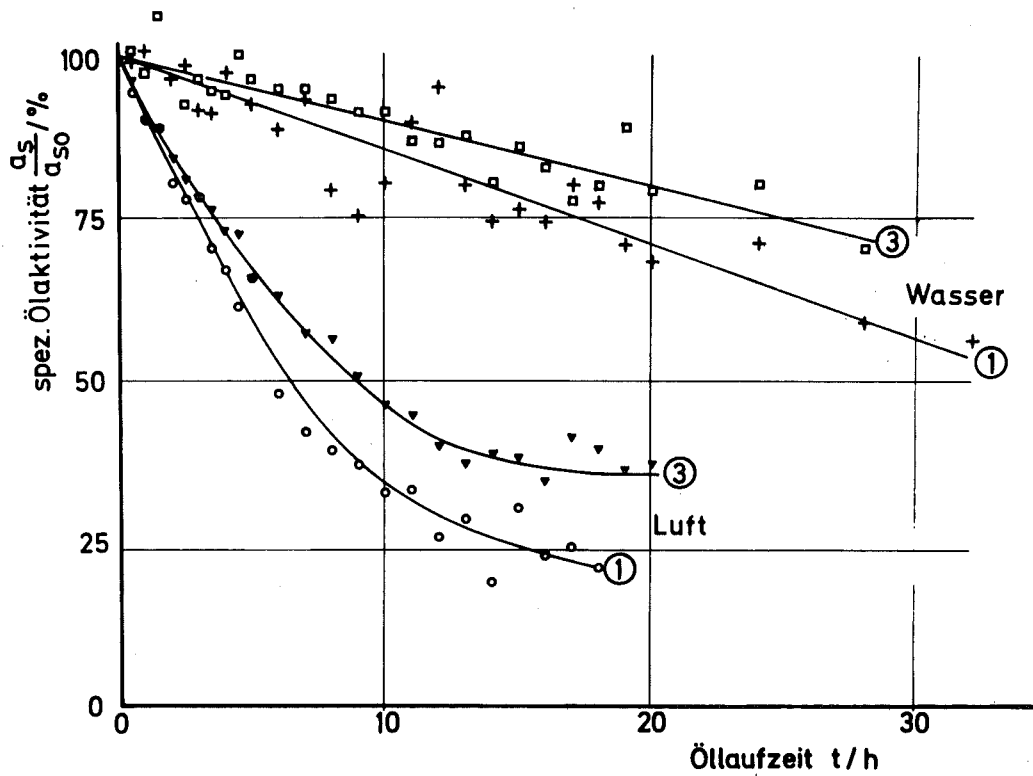


Bild 8/9: Änderung der spez.Ölaktivität mit der Öllaufzeit (luftgekühlter Motor C, wassergekühlter Motor D) ① -Nummer der markierten Fraktion

Bild 10 zeigt den Verlauf der spezifischen Aktivität des Öls für einen  $220 \text{ cm}^3$  Luftpressor über 513 Betriebsstunden. Hier ist die Fraktion 1 markiert. Zum Vergleich ist der entsprechende Verlauf für den Motor B mit eingezeichnet (aus Bild 7). Selbst bei dieser langen Laufzeit und ohne Nachfüllen von Frischöl ist der Einfluß des selektiven Ölverbrauchs vergleichsweise gering.

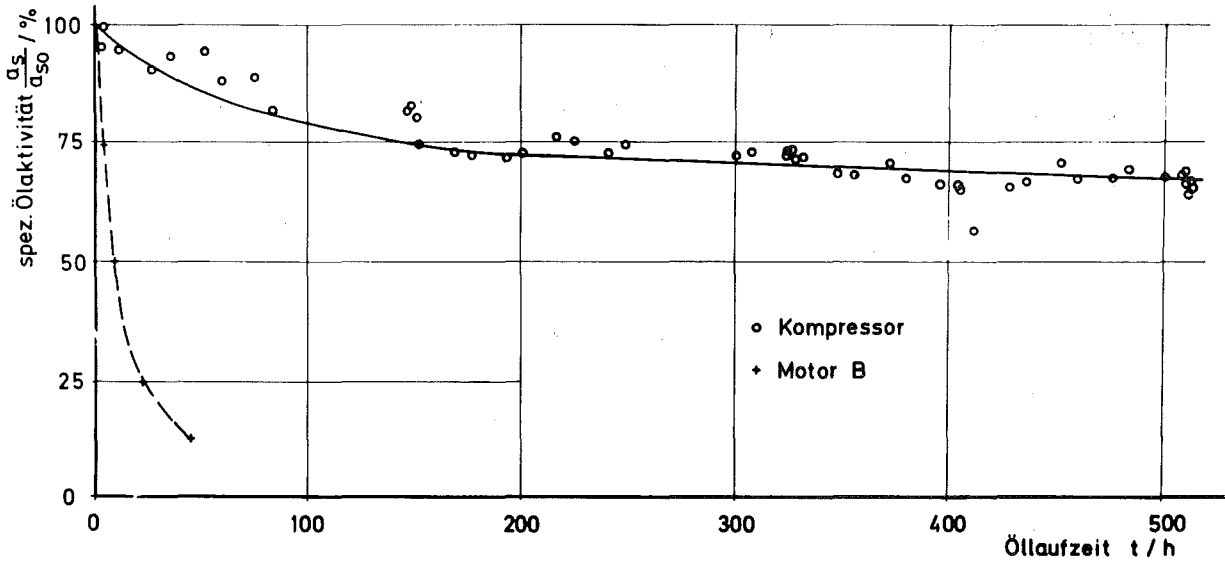


Bild 10: Änderung der spez. Ölaktivität mit der Ölaufzeit (Kompressor)

Bild 11 zeigt die Siedelinien der Öle aus einem Kompressorlauf über 530 h Betriebszeit. Die Abweichungen liegen innerhalb der Meßgenauigkeit bei der Destillation.

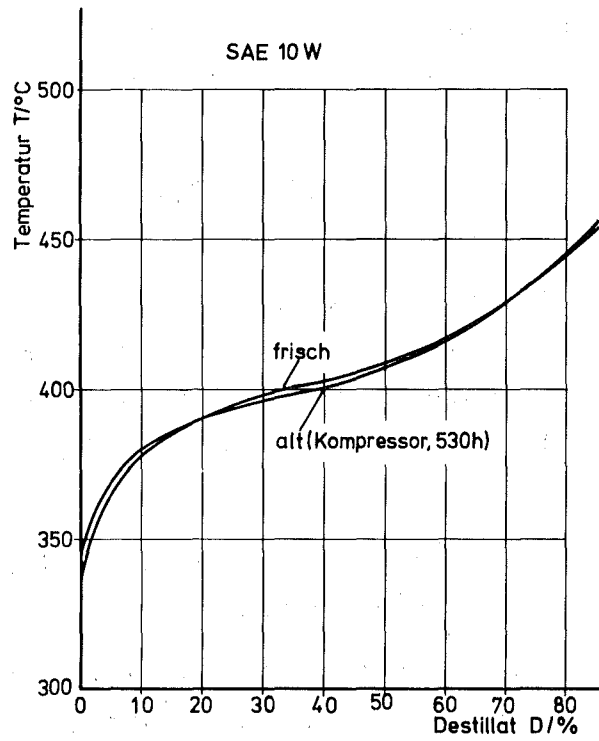


Bild 11: Siedelinien eines Frischöls und des dazugehörigen Altöls aus einem Kompressorlauf über 530 h



### 3. ANFORDERUNGEN AN EINE ÖL-MARKIERUNG

Soll der Ölverbrauch mit Hilfe eines Tracerverfahrens ermittelt werden, ist an die Markierung eine fundamentale Forderung gestellt:

Der Tracerverbrauch muß unter allen Betriebsbedingungen dem Ölverbrauch proportional sein.

Da bei Verbrennungskraftmaschinen in der Regel ein nicht zu vernachlässigender Einfluß des selektiven Ölverbrauchs vorhanden ist, muß jede Fraktion des Öls die gleiche Konzentration der Markierungssubstanz haben und diese muß während des Betriebs konstant bleiben.

An einem Beispiel soll erklärt werden, wie wichtig es ist, daß diese Forderung erfüllt wird.

Wird ein handelsübliches Öl durch katalytischen Austausch tritiiert, ergibt sich eine ungleichmäßige Aktivitätsverteilung. (Bild 12).

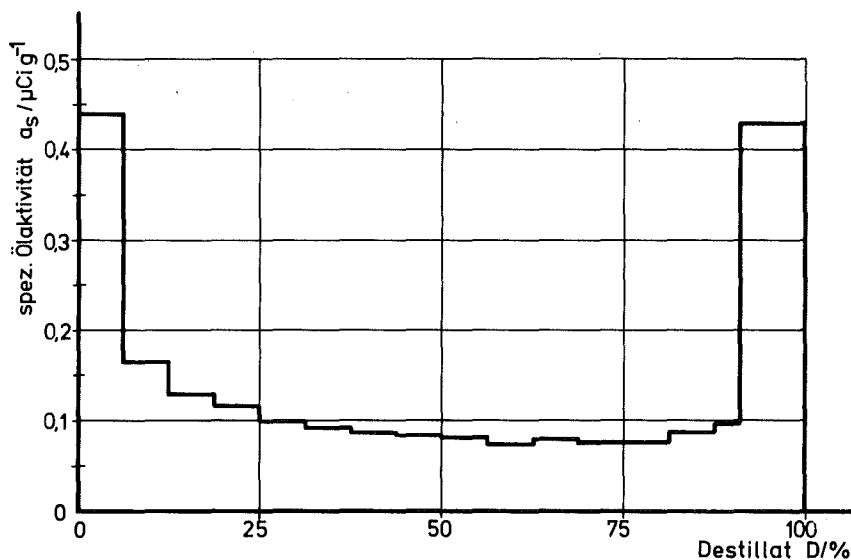


Bild 12: Aktivitätsverteilung eines tritiierten Öls (für Ölverbrauchsmessungen ungeeignet)

Die leichtest siedende Fraktion hat eine ca. 5 mal höhere spezifische Aktivität als der mittlere Siedebereich. Dasselbe gilt für die hoch- bzw. nicht siedenden Anteile. Hier wird das Tritium vorwiegend in die Additivmoleküle eingebaut.

In der Industrie wurde mit solchen Markierungen über mehrere Jahre der "Ölverbrauch" gemessen. Zu Beginn eines Versuchs wurden viel zu hohe "Ölverbräuche" gemessen, weil die leichtsiedenden Anteile mit ihren hohen spezifischen Aktivitäten verstärkt verbraucht wurden. Auch bei einem innerhalb von 10 Stunden im Motor vorgealterten Öl verringerte sich die spezifische Aktivität noch innerhalb von 13 Betriebsstunden (Motor B, Nennleistung, Nenndrehzahl) um 26%. Der sich hieraus ergebende Meßfehler beträgt einige 100%. Mit zunehmender Öllaufzeit werden diese Fehler kleiner.

Eine solche falsche Markierung täuscht einen Ölverbrauchs-einlauf vor, der nicht in einer so ermittelten Weise abläuft.

Es war üblich, von einem tritiierten Öl hoher spezifischer Aktivität eine bestimmte Menge mit dem Öl zu verdünnen, das im Motor gefahren werden sollte. Dabei wurde ein unterschiedliches Siedeverhalten der Öle nicht berücksichtigt.

4. SUCHE NACH MARKIERUNGSNUKLIDEN UND ÜBERPRÜFUNG IHRER VERWENDBARKEIT

4.1 Auswahl nach physikalischen Gesichtspunkten

Außer den bisher genannten Forderungen muß die Markierung weitere Bedingungen erfüllen. Der Tracer muß zu jeder Zeit im Ölvolumen gleichverteilt sein. Er darf die Öleigenschaften nicht verändern und soll gut meßbar sein.

Die letztgenannte Forderung favorisiert Radiotracer, deren nicht aktive Isotope im Öl enthalten sind. Die Radionuklide dieser Elemente sind in Tabelle 2 mit Halbwertszeit, Strahlungsart und Energie aufgeführt.

Tabelle 2:

Nuklid	$\tau_{1/2}$	Strahlungsart	Energie (MeV)
$^3\text{H}$	12,3 a	$\beta^-$	0,018
$^{14}\text{C}$	5730 a	$\beta^-$	0,2
$^{32}\text{P}$	14,3 d	$\beta^-$	1,7
$^{35}\text{S}$	88 d	$\beta^-$	0,2
$^{45}\text{Ca}$	165 d	$\beta^-$	0,3
$^{65}\text{Zn}$	245 d	$\gamma$	1,115

Der zu verwendende Tracer sollte möglichst einfach und genau meßbar sein. Das hängt von der Strahlungsart, der Energie und den zur Verfügung stehenden Detektoren ab. So lassen sich  $\beta$ -Strahlen niedrigerer Energie nur in offenen Zählern messen, da die Fenster anderer Detektoren einen zu hohen Anteil der Strahlung absorbieren.  $\gamma$ -Strahlen höherer Energie haben eine erheblich größere Reichweite und hierfür stehen auch Detektoren zur

Verfügung, die eine hohe Nachweiswahrscheinlichkeit haben.

Neben den in Tabelle 2 aufgeführten Nukliden wurden weitere in Erwägung gezogen. Von diesen wird dann untersucht, ob sie für das Öl keine unzulässige Änderung bedeuten.

Aus dem vollständigen Verzeichnis der bekannten Radionuklide (1313) wurde nach den folgenden Kriterien eine Auswahl getroffen:

1. Nuklid leicht herstellbar (Bestrahlung im Reaktor)
2. Halbwertszeit  $> 30$  Tage
3.  $\gamma$ -Strahler einer Energie  $> 0,3$  MeV

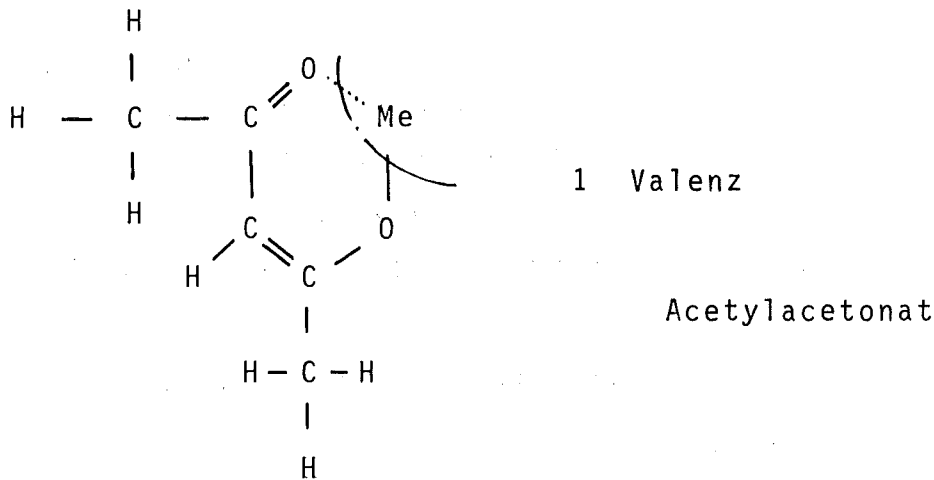
Es verbleiben 20 Nuklide:

$^{22}\text{Na}$ ,  $^{46}\text{Sc}$ ,  $^{54}\text{Mn}$ ,  $^{59}\text{Fe}$ ,  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{65}\text{Zn}$ ,  $^{85}\text{Sr}$ ,  $^{95}\text{Zr}$ ,  $^{103}\text{Ru}$ ,  $^{110}\text{Ag}$ ,  
 $^{115}\text{Cd}$ ,  $^{113}\text{Sn}$ ,  $^{124}\text{Sb}$ ,  $^{134}\text{Cs}$ ,  $^{133}\text{Ba}$ ,  $^{160}\text{Tb}$ ,  $^{175}\text{Hf}$ ,  $^{181}\text{Hf}$ ,  $^{185}\text{Os}$ ,  $^{192}\text{Ir}$ .

#### 4.2 Auswahl nach chemischen Gesichtspunkten

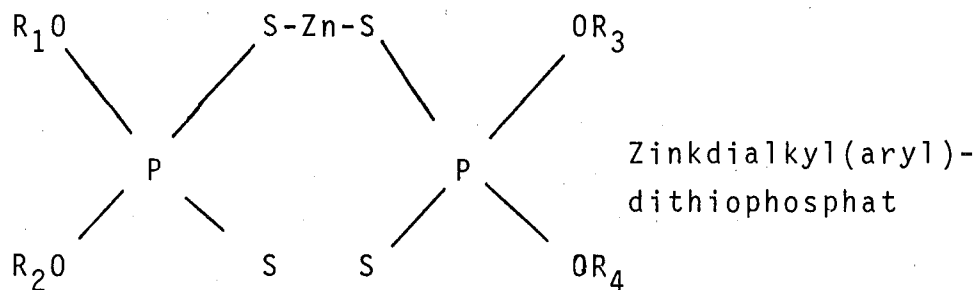
Da es sich bei allen verbleibenden 20 Nukliden um Metalle handelt, müssen die Markierungssubstanzen wegen der notwendigen Öllöslichkeit metallorganische Verbindungen sein. Die in Frage kommenden Alkyle und Aryle sind alle ungeeignet. Sie entzünden sich selbst an Luft, Verpuffen explosionsartig mit Wasser, sind schmerzhaft ätzend, gefährliche (Atem) Gifte, zerfallen thermisch oder sind nicht destillierbar.

Acetylacetonate scheinen eine eventuelle Aussicht auf Erfolg zu haben. Acetylacetonate sind komplexe Verbindungen, die mit verschiedenen Metallen gebildet werden. Sie sind destillierbar und erleiden in wässriger Lösung keine Hydrolyse.



Über Öllöslichkeit, Siedepunkt und die Möglichkeit, diese in den erforderlichen Grenzen zu variieren (durch Veränderung der beiden  $C_nH_{2n+1}$ -Gruppen von  $n = 1$  auf höhere Werte) ist nichts bekannt. Die Verbindungen müßten zunächst dargestellt und dann auf ihre Brauchbarkeit hin untersucht werden. Wegen der geringen Erfolgsaussichten bei hohem Aufwand wurde diese Möglichkeit nicht weiter verfolgt.

In den meisten handelsüblichen Schmierölen sind Metall-dialkyl (bzw. aryl) dithiophosphate enthalten (ZDTP). Sie haben eine antioxydante und verschleißmindernde Wirkung. Als Metall wird in der Regel Zink verwendet.



Dabei sind  $R_i$  gleiche oder unterschiedliche Alkyl- bzw. Arylgruppen mit jeweils 3-8 Kohlenstoff-Atomen. Die thermischen Stabilitäten dieser Verbindungen sind sehr verschieden.

#### 4.3 Untersuchungen von Zinkdialkyldithiophosphaten (ZDTP) im Motor

Die Zinkadditive sind öllöslich, nicht jedoch alle ihre Zerfallsprodukte. In welchem Maße sich die Zinkverbindungen im Motorbetrieb zersetzen und welche Anteile den Motor mit dem Abgas verlassen ist weitgehend unbekannt. Um hierüber genauere Kenntnis zu erlangen, wurde die Zinkkonzentration eines Motoröls in einem Dauerlaufversuch über 850 Stunden in Motor E untersucht. Dem Motor wurden aus dem Sumpf Ölproben entnommen, deren Zinkgehalt mit Hilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse bestimmt wurde. Bild 13 zeigt den Verlauf der Zinkkonzentration über der Motorlaufzeit in 6 Ölwechselintervallen (16-21). Die Zinkkonzentration nimmt mit der Laufzeit des Öls zu. Das Maß dieser Änderungen ist von den Betriebsbedingungen abhängig.

Bei weiteren 9 Versuchen an verschiedenen Motoren wurden die Zinkgehalte der Frisch- und Altöle untersucht (Tabelle 3). Während 7 Prüfläufe eine Aufkonzentrierung des Zink zeigen, nimmt der Zinkgehalt bei den Versuchen 1 und 5 ab.

Tabelle 3:

Versuchs- Nummer	Öl- viskosität  SAE	Motor	Zn-Gehalt (ppm)		Änderung  %	Laufzeit  h
			frisch	alt		
1	30	F	1687	1418	-16,0	60
2	10W40	F	1518	1719	+13,2	60
3	20W50	F	1398	1684	+20,5	60
4	10W30	F	717	1005	+40,2	60
5	30	F	1549	1383	-10,7	60
6	10W30	B	1639	1777	+ 8,4	36
6a	10W30	B	1639	1803	+10,0	36
7	10W30	B	1639	1970	+20,2	50
8	10W40	B	1554	2405	+54,8	36

Bei den Versuchen 6 - 8 handelt es sich um die gleichen Versuche aus Kapitel 2.2. Je stärker der selektive Ölverbrauch

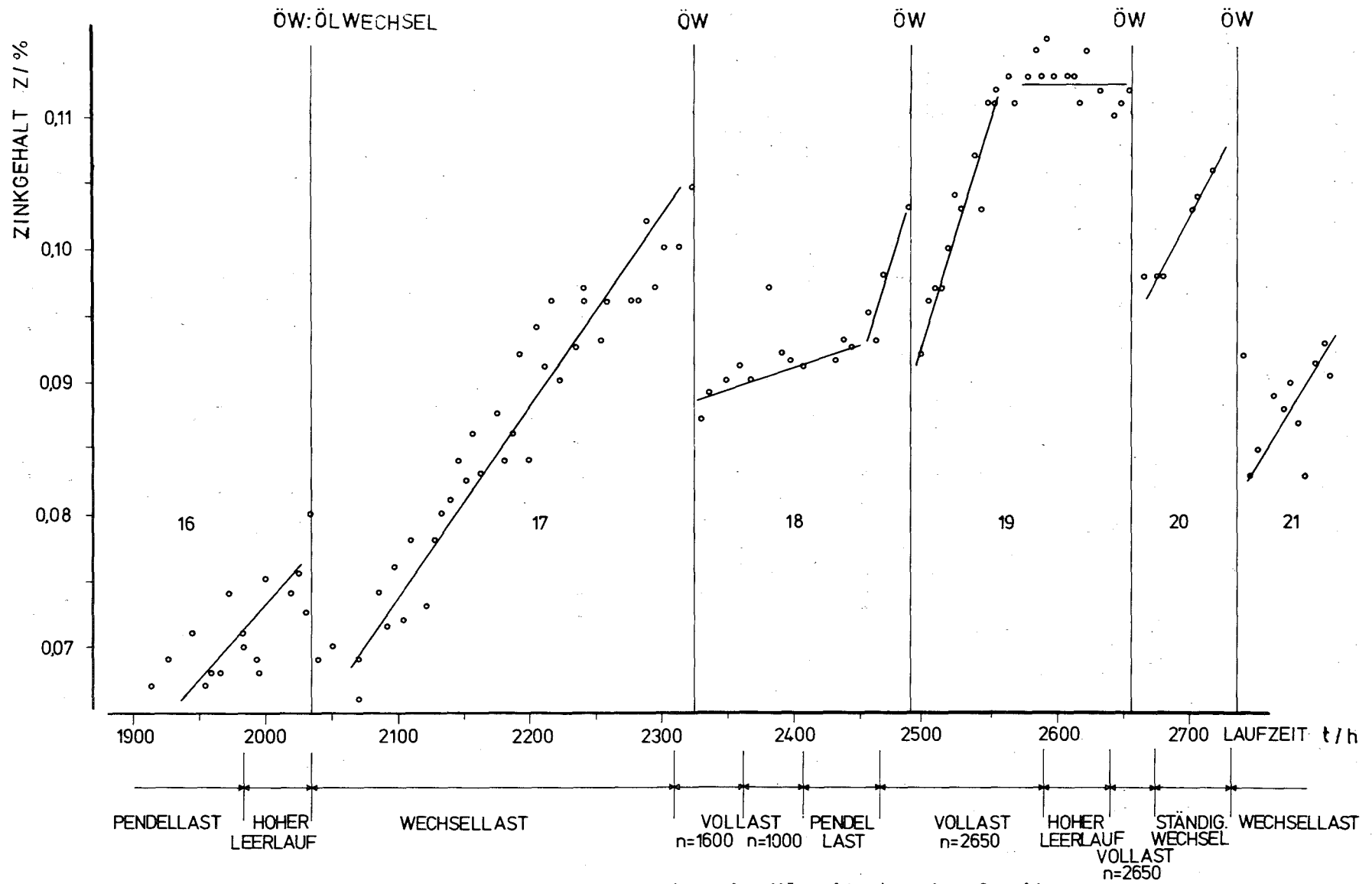


Bild 13: Änderung der Zinkkonzentration im Öl mit der Laufzeit

ausgeprägt ist, umso höher ist auch die Aufkonzentrierung des Zink. Das bedeutet, daß mehr Öl als die entsprechende Menge Zink den Motor verläßt. Das Gegenteil ist in den Versuchen 1 und 5 der Fall.

Es bestand so die Hoffnung, daß es Öle gibt, bei denen die Zinkkonzentration während des Betriebs konstant bleibt, bzw. daß solche Öle mit verschiedenen Zinkadditiven entsprechend formuliert werden können. Daher wurden verschiedene handelsübliche Öle sowie 14 Zinkadditive im Labor untersucht.

#### 4.4 Untersuchungen von ZDTP bei der Destillation

Unter sehr vorsichtigem Aufheizen wurde ein Konzentrat von ZDTP (in 20% Öl gelöst) destilliert. Nachdem 4 Fraktionen von je 10% des Gesamtvolumens überdestilliert waren, explodierte die Destillationsapparatur. Die im Destillationskolben verbliebenen 60% waren schlagartig polymerisiert. Die überdestillierte Menge von 40 Vol.% enthielt nur 6% des Zn, während im polymerisierten Rückstand die restlichen 94% des Zink verblieben.

Das Ergebnis aus diesem Versuch zeigt, daß ein in so hoher Konzentration im Öl vorliegendes ZDTP nicht vollständig destillierbar ist. Die Zinkdialkyldithiophosphate sind thermisch instabil. Ihre Zerfallsprodukte können polymerisieren.

Bei den niedrigen Konzentrationen, in denen das ZDTP üblicherweise im Öl vorliegt, zeigt sich ein anderes Verhalten. Handelsübliche Öle wurden destilliert und dabei in mehrere gleich große Fraktionen aufgeteilt. Der Zinkgehalt der einzelnen Fraktionen wurde mit Hilfe der Aktivierungsanalyse und der Röntgenfluoreszenzanalyse bestimmt.

Zwei Öle, SAE 10 W und SAE 30 hatten nach Angaben der Herstellerfirma den gleichen Zinkzusatz. Bild 14 zeigt die Zinkverteilung, wie sie durch Destillation ermittelt wurde. Dabei wurde das Öl in 8 gleich große Fraktionen aufgeteilt. Der Zinkgehalt dieser 8 Fraktionen bezieht sich auf das gesamte im Öl enthaltene Zink. (Summe des Zn-Gehaltes aller Fraktionen = 100%).



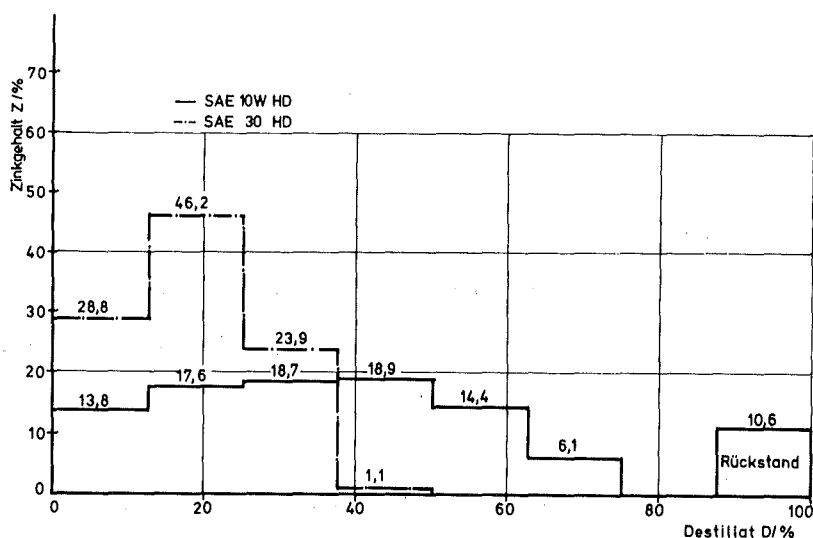


Bild 14: Zinkverteilung handelsüblicher Öle gleicher Additivierung (aufgetragen über Destillat D)

Während das SAE 10 W eine relativ konstante Zink-Konzentration zeigt, befindet sich das Zink im SAE 30 in den ersten 3 Fraktionen. Eine mögliche Erklärung wird anhand der Siedelinien dieser Öle erkennbar: Die Destillationstemperatur zu Ende der 7. Fraktion des SAE 10 W wird vom SAE 30 schon fast von der 3. Fraktion erreicht.

In Bild 15 ist daher der Zinkgehalt über der Siedetemperatur aufgetragen. Es wird deutlich, daß das Zink etwa im gleichen Temperaturbereich das Öl, bzw. mit dem Öl zusammen, den Destillationskolben verläßt. Das ist unabhängig von der Siedelage des Öls und charakterisiert den vorliegenden Typ des ZDTP.

Auffällig ist beim SAE 10 W, daß in der 7. Fraktion kein Zink gefunden wurde, während sich in der 8. Fraktion (Rückstand, nicht destilliert) ca. 10% des Zink finden. Der Rückstand würde genauer untersucht und es zeigte sich, daß das Zink hier in ungelöster fester Form vorliegt. Es sind also Zersetzungsprodukte des ZDTP, die sich bereits bei Temperaturen unterhalb der in der 7. Fraktion erreichten, gebildet haben.

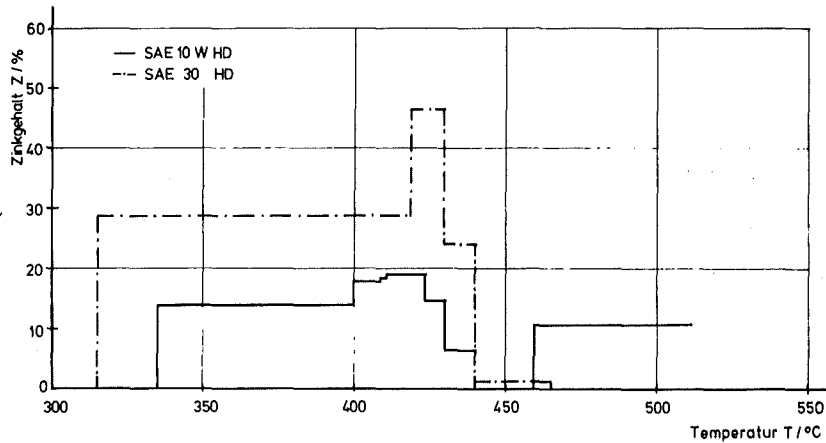


Bild 15: Zinkverteilung handelsüblicher Öle gleicher Additivierung (aufgetragen über Siedetemperatur T)

Die Ergebnisse dieses Versuchs konnten noch keine vollständige Klärung bringen. Daher wurden Zinkadditive in verschiedenen zinkfreien Grundölen destilliert und der Verbleib des Zink in den einzelnen Fraktionen untersucht.

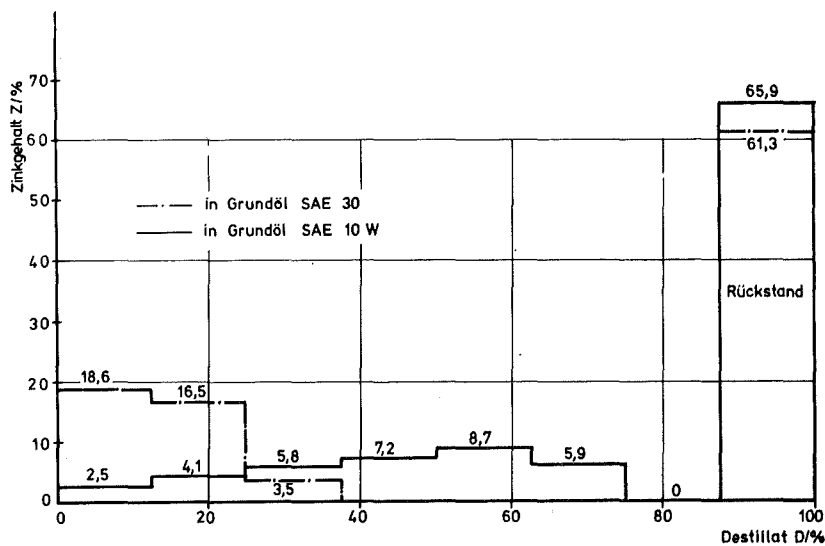


Bild 16: Zinkverteilung eines ZDTP aus primären Alkoholen in Grundölen

Man findet bei dem SAE 30 das Zink nur in den ersten 3 Fraktionen, während sich etwa dieselbe Menge bei dem SAE 10 W auf 6 Fraktionen aufteilt. Am Ende dieser Fraktionen liegen gleiche Siedetemperaturen vor (siehe auch Erklärung zu Bild 14). Im Destillationsrückstand findet man bei Additiven des Typ 1 zwischen 45 und 80% des gesamten im Öl enthaltenen Zinks. Dieses Zink liegt nicht mehr in Form des öllöslichen ZDTP vor. Es ist unlöslich, fest und spezifisch schwerer als Öl.

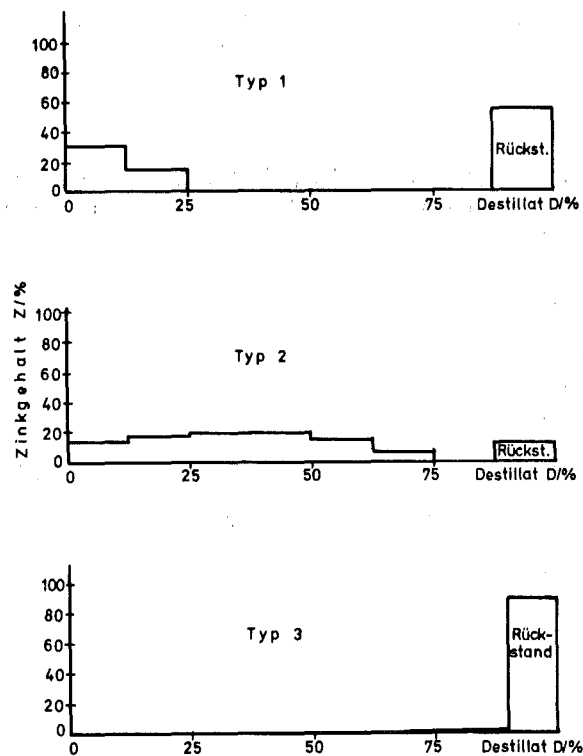


Bild 17: Typische Zinkverteilungen

Am Typ 1 wurde untersucht, ob und in welchem Maße die Destillationsgeschwindigkeit durch Mitreißeffekte auf die Zn-Verteilung im Destillat Einfluß nimmt (Simulation verschiedener Motorbetriebspunkte).

Bild 18 zeigt, wie mit zunehmender Destillationsgeschwindigkeit mehr Zink mit ins Destillat übergeht.

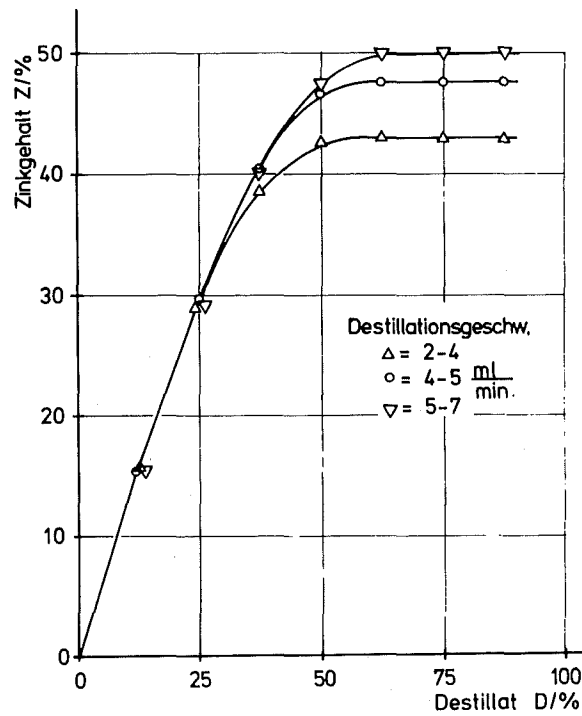


Bild 18: Anteil an überdestilliertem Zink für drei Destillationsgeschwindigkeiten

Zusammenfassend kann über die Zinkmarkierung eines Öls zum Zweck der Ölverbrauchsmessung an Verbrennungskraftmaschinen mit nennenswertem selektiven Ölverbrauch gesagt werden:

Die notwendigen Voraussetzungen, daß Ölverbrauch und Zinkverbrauch unter allen Motorbetriebsbedingungen einander proportional sind und die Zinkkonzentration des Öls im Motor konstant bleibt, kann nicht erfüllt werden.

Für diesen Anwendungsfall ist nur eine Markierung mit Tritium praktikabel.

## 5. ÖLVERBRAUCHSMESSSYSTEME FÜR KOLBENMASCHINEN MIT NENNENS- WERTEM SELEKTIVEN ÖLVERBRAUCH

In Kapitel 1.2.3 wurde bereits auf Meßverfahren verwiesen, die mit Tritiummarkierung des Öls arbeiten. Während in [14] und [16] der Ölverbrauch durch eine Messung der  $^3\text{H}$ -Konzentration des Abgases in der Gasphase bestimmt wird, messen die Autoren von [4 bis 7] und [19] den Ölverbrauch, indem sie Wasser aus dem Abgas ausfällen und dessen spezifische Tritiumaktivität mit Hilfe der Flüssigszintillation bestimmen. Wenn man von der richtigen Markierung, wie sie im Rahmen dieser Arbeit entwickelt und in Kapitel 5.2 beschrieben ist, absieht, haftet beiden Verfahren ein gemeinsamer Mangel an: Neben der Messung der spezifischen Aktivitäten muß eine Anzahl weiterer Größen gemessen werden, aus denen dann der Ölverbrauch berechnet werden kann (Kraftstoffstrom, Ansaugluftstrom, Luftfeuchte, Temperaturen u.a.).

Beide Meßverfahren werden variiert. Eine richtige Markierung eliminiert Fehler, die durch den selektiven Ölverbrauchsmechanismus entstehen, die Zahl der Meßdaten wird verringert und dadurch eine größere Genauigkeit erreicht.

### 5.1 Meßmethode

Das tritiierte Meßöl befindet sich im Sumpf des Motors. Mit dem verbrauchten Öl gelangt Tritium ins Abgas. Aus der Abgasleitung werden 2 Abgasteilströme entnommen. Zwischen den beiden Entnahmestellen wird dem Abgas ein konstanter  $^3\text{H}$ -Aktivitätsstrom zugemischt (Bild 19). Dieser Aktivitätsstrom wird wie folgt hergestellt: Raumluft wird mit Hilfe von Silikagel vollständig getrocknet und anschließend in einem Bad tritiumhaltigen Wassers hoher spezifischer Aktivität (im Verhältnis zur spezifischen Aktivität des Öls) bei  $0^\circ\text{C}$  mit diesem aktiven Wasser gesättigt. Dieser Luftstrom wird über einen Volumenstrommesser in die Abgasleitung gepumpt. Volumenstrom und spezifische Aktivität werden konstant gehalten.

Beiden Teilströmen werden Proben entnommen, deren spezi-

fische Aktivität gemessen wird.

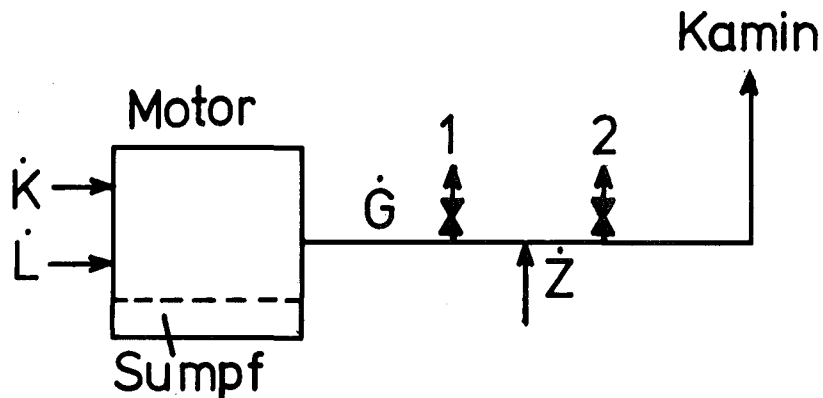


Bild 19: Prinzip der Probenahme

Im Fall der Tritiummessung in der Gasphase werden diskrete Abgasproben genommen und in einem großflächigen Proportionalzähler ausgemessen.

Im Fall der Tritiummessung in der Flüssigphase werden beide Teilströme nachverbrannt und in Wärmetauschern so stark abgekühlt, daß Wasser ausfällt. Dieses Wasser wird mit Hilfe der Flüssigszintillation ausgemessen.

Durch die Zumischung des konstanten und bekannten Aktivitätsstromes wird nach dieser Meßmethode die Auswertung erheblich vereinfacht und sie ist ohne Kenntnis der Motoreingangsdaten möglich.

## 5.2 Ölmarkierung

### 5.2.1 Herstellung der Ölmarkierung

In den Kapiteln 2 und 3 wurden die Anforderungen an eine Ölmarkierung zum Zweck der Ölverbrauchsmessung an Verbrennungskraftmaschinen bereits gestellt.

Um eine gleichmäßige Markierung beliebiger Öle vornehmen zu können, werden zunächst Grundöle destilliert und in mehrere Fraktionen aufgeteilt. Diese werden einzeln tritiiert und nach der Tritierung entsprechend der Siedelinie des zu markierenden Öls diesem zugemischt. Für die Versuche im Rahmen dieser Arbeit wurden insgesamt 12 Fraktionen verwendet. Jede der ersten 11 Fraktionen enthalten Ölanteile, die in einem Bereich von  $15^{\circ}\text{C}$  sieden, beginnend mit der Fraktion 1 mit einem Temperaturbereich von  $335^{\circ}\text{C} - 350^{\circ}\text{C}$  bis Fraktion 11 mit dem Bereich von  $485^{\circ}\text{C} - 500^{\circ}\text{C}$ , Fraktion 12 enthält Anteile des Öls, die nicht unterhalb  $500^{\circ}\text{C}$  sieden.

Jede dieser so hergestellten Fraktionen wurde dann von der Firma Hoechst im Auftrag getrennt durch katalytischen Austausch tritiiert ( $80 - 100^{\circ}\text{C}$ , Katalysator Platin) und labiles Tritium entfernt.

Soll bei einer Ölverbrauchsmessung ein bestimmtes Öl verwendet werden, wird von diesem zunächst die Siedelinie bestimmt. Dadurch ist der funktionale Zusammenhang zwischen Siedetemperatur und Destillatanteil gegeben.

$$T = f(D)$$

Die markierten Einzelfraktionen enthalten Ölanteile, die im Bereich von  $T_i$  bis  $T_{i-1}$  sieden. Der Siedelinie entsprechend gehört zu diesem Temperaturbereich der Destillatanteil  $D_i - D_{i-1}$ . Die diesem Temperaturbereich entstammende Markierungsaktivität muß diesem Destillatanteil proportional sein.

$$A_i = k (D_i - D_{i-1}).$$

Bei vorgegebener spezifischer Aktivität und notwendiger Ölmasse ist die Gesamtaktivität, die zugemischt werden muß, bekannt.

$$\sum_{i=1}^{12} A_i = A_{\text{ges}} \quad \sum_{i=1}^{12} (D_i - D_{i-1}) = 100\%$$

Die zuzumischenden Massen der markierten Fraktionen  $m_i$  ergeben sich mit der spezifischen Aktivität  $a_{s_i}$  dieser Fraktionen zu

$$m_i = \frac{A_i}{a_{s_i}}$$
$$m_i = \frac{k (D_i - D_{i-1})}{a_{s_i}}$$

Es entsteht ein über den gesamten Siedebereich gleichmarkiertes Öl.

Das so hergestellte Meßöl wird ein weiteres Mal in einer Destillation in mehrere Fraktionen aufgespalten und die spezifischen Aktivitäten dieser Fraktionen werden gemessen. Bei richtiger Markierung sind diese gleich. Eine analoge Prüfung wird an dem Altöl nach dem Versuch durchgeführt. Auch hier müssen die gleichen spezifischen Aktivitäten vorliegen.

Ein nach diesem Verfahren markiertes Öl zeigte dennoch eine um den Faktor 2 zu hohe spezifische Aktivität in der leichtest siedenden Fraktion. Eine Untersuchung der im Auftrag triierten Fraktionen ergab, daß die Aktivitätsverteilungen über der Temperatur breiter als angenommen waren und bei tieferen Temperaturen lagen als erwartet. Die Aktivitätsverteilungen sind in Bild 20 dargestellt.



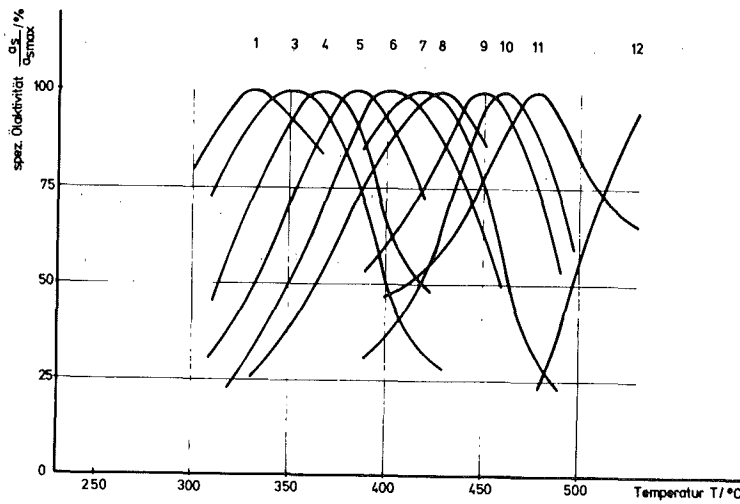


Bild 20: Aktivitätsverteilung der markierten Grundölfractionen (aufgetragen über Siedetemperatur T)

Unter Berücksichtigung dieser Verteilungen wurde ein Öl SAE 20W20 mit den Fraktionen 4, 6, 9, 11 und 12 schließlich befriedigend gleichmäßig markiert (Bild 21).

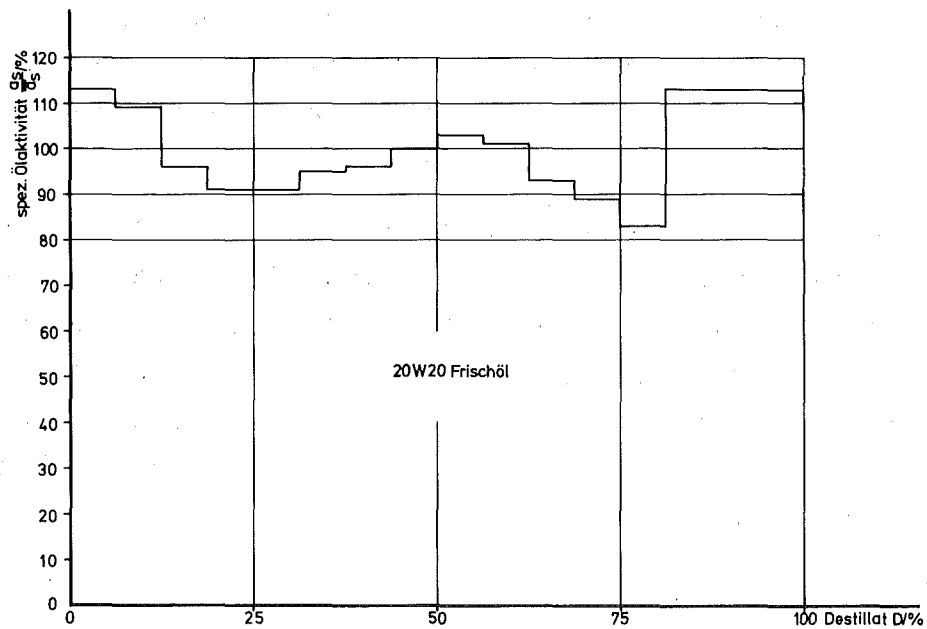


Bild 21: Aktivitätsverteilung des frischen Meßöls

Dieses Öl wurde 53 Stunden im Motor A bei  $2000 \text{ min}^{-1}$  und Vollast gefahren. Die Aktivitätsverteilung für dieses Altöl ist in Bild 22 wiedergegeben.

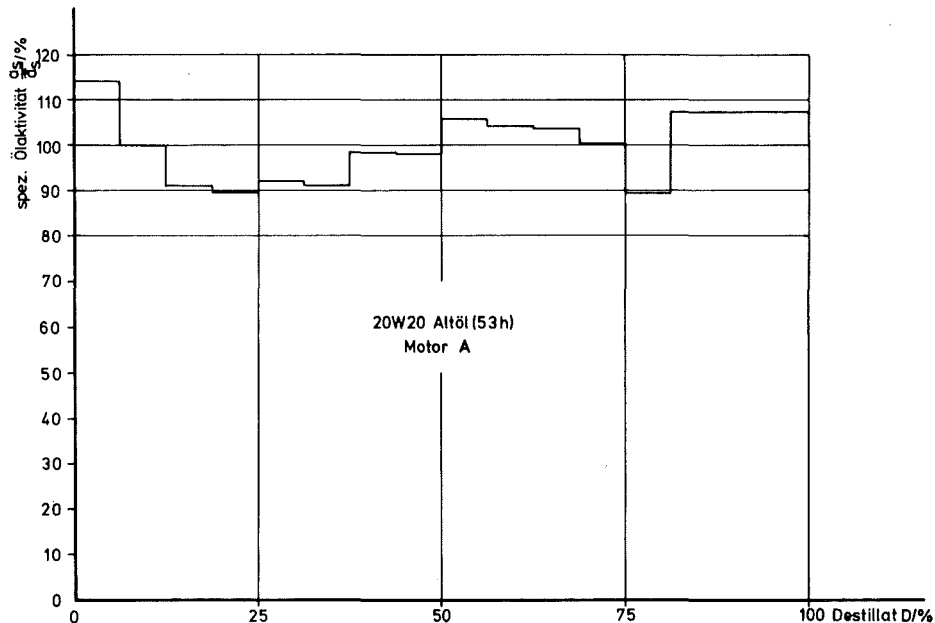


Bild 22: Aktivitätsverteilung eines Altöls (53 h) aus Motor A

Das Öl bleibt in den Grenzen von  $\pm 15\%$  gleichverteilt. Während dieses Motorlaufs wurden Ölproben gezogen und deren spezifische Aktivität gemessen. Bild 23 zeigt den Verlauf. Innerhalb der Motorlaufzeit sank diese gewichtsspezifische Aktivität um ca. 6%. Es konnte nachgewiesen werden, daß dieses Absinken mit dem Rußeintrag zusammenhängt. Die Bestimmung des Rußgehalts für dieses Öl ergab 4,3 Gew.%.

Da der Motor A ein thermisch niedrig belasteter Motor ist, wurde dieser Versuch am Motor C, für den ein starker selektiver Ölverbrauch nachgewiesen wurde (Bild 9), wiederholt. Die Aktivitätsverteilung des Altöls aus diesem Versuch ist in Bild 24 dargestellt. In den 53 Betriebsstunden streute die spezifische Aktivität nur innerhalb der Meßgenauigkeit. Der Rußeintrag bei diesem Lauf betrug 0,8 Gew.%.

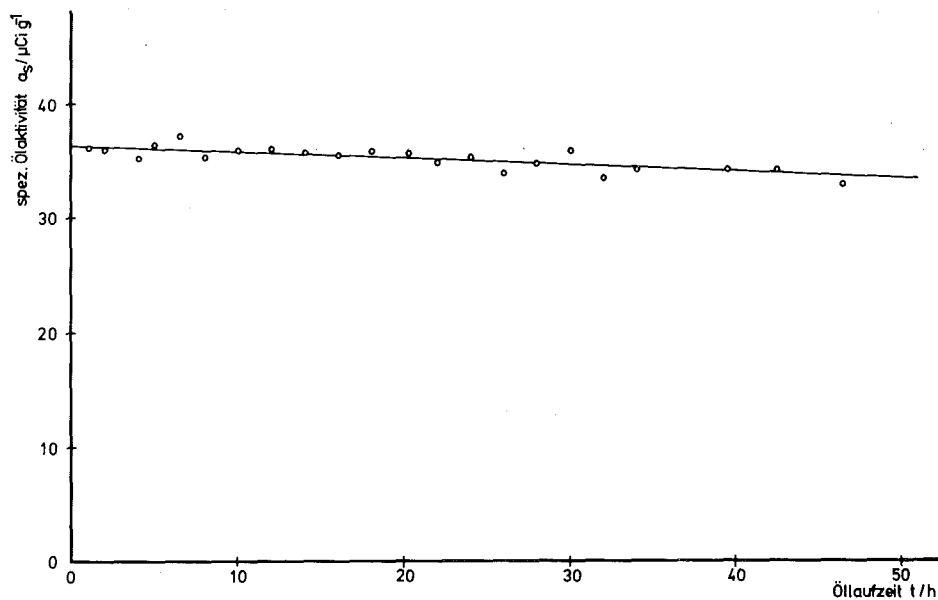


Bild 23: Verlauf der spez. Aktivität des Öls über der Öllaufzeit (Motor A)

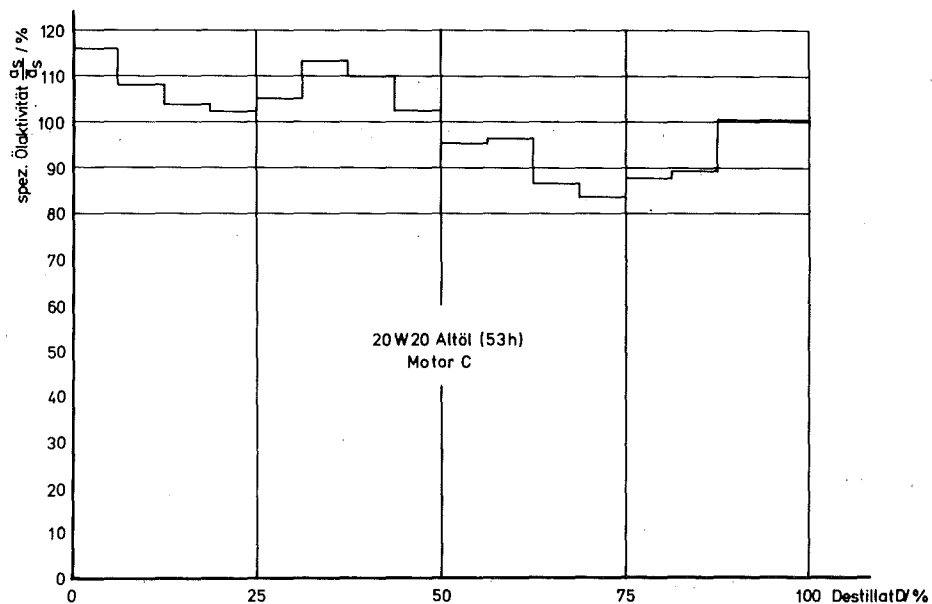


Bild 24: Aktivitätsverteilung eines Altöls (53 h) aus Motor C

### 5.2.2 Stabilität der Markierung

Tritium muß fest an die Kohlenwasserstoffverbindungen des Öls gebunden sein und sich wie diese verhalten, wenn die richtige Markierung gewährleistet sein soll. (Bei der thermischen Beanspruchung von zinkhaltigen Ölen war festgestellt worden, daß die Zinkverbindungen zerfallen und sich anders verhalten als das Öl, siehe Kap. 4.4.) Die Stabilität der  $^3\text{H}$ -markierten Verbindungen wurde wie folgt untersucht: Zu einem 20 W 20 Öl wurde eine kleine Menge der tritiierten 6. Fraktion hinzugegeben. Dieses so ungleichmäßig markierte Öl wurde in einer Destillation in 15 Fraktionen aufgespalten und die Aktivitätsverteilung bestimmt. Die Einzelfraktionen wurden miteinander vermischt und die Aktivitätsverteilung auf gleiche Weise ein zweites und drittes Mal ermittelt. Die 3 Aktivitätsverteilungen decken sich im Rahmen der Meßgenauigkeit (Bild 25). So ist von der 6. tritiierten Fraktion nachgewiesen, daß das Tritium stabil in die Ölmoleküle eingebaut ist.

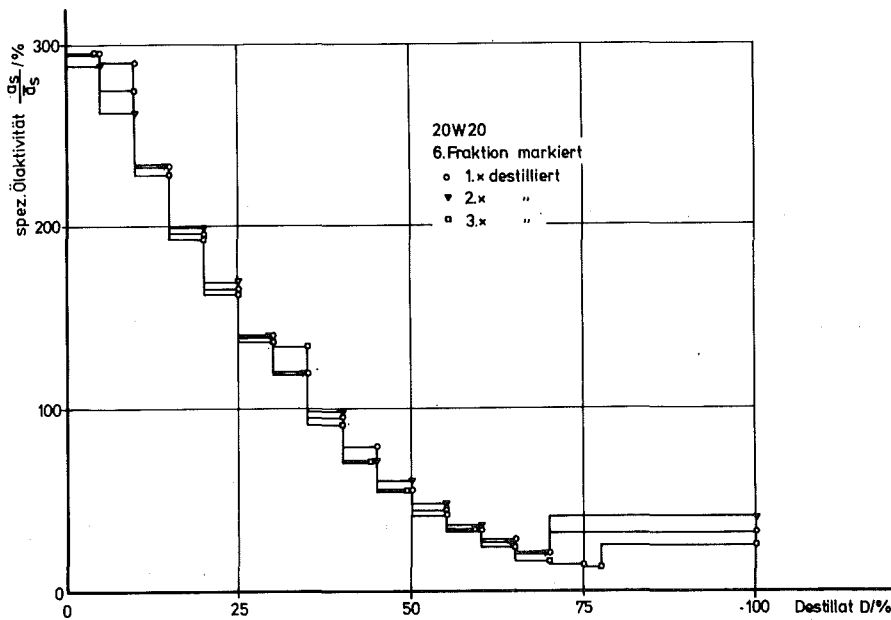


Bild 25: Aktivitätsverteilungen desselben Öls (6. markierte Fraktion)

Um die Allgemeingültigkeit für alle tritiierten Fraktionen zu zeigen, wurden alle 12 tritiierten Fraktionen gemeinsam in gleicher Weise untersucht. Die Aktivitätsverteilungen zeigt Bild 26. Auch hier decken sich die Kurvenverläufe im Rahmen der Meßgenauigkeit. (Der etwas abweichende Verlauf der 1. Destillation ist mit einer ungleichen Destillationsgeschwindigkeit zu erklären.)

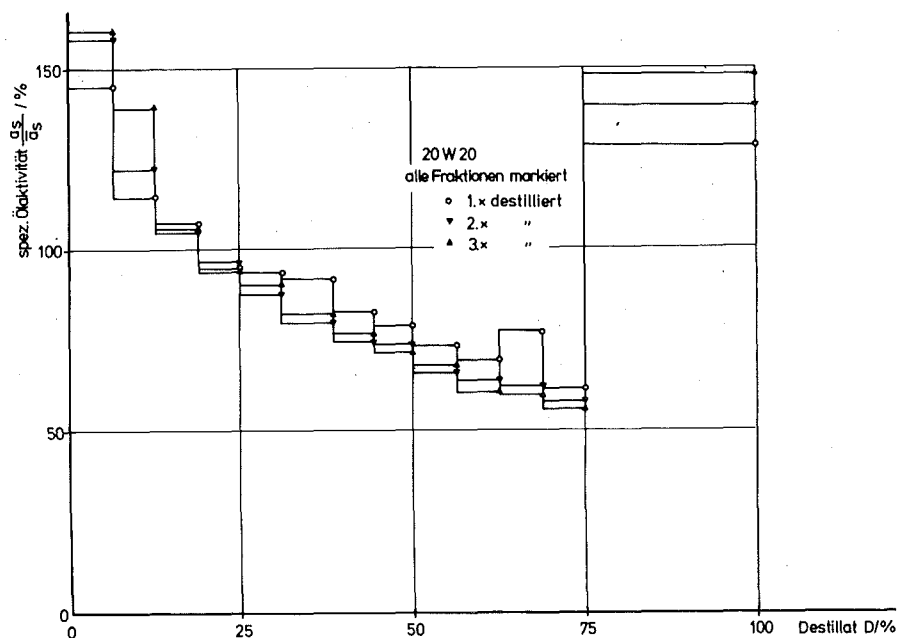


Bild 26: Aktivitätsverteilungen desselben Öls (alle markierten Fraktionen)

Damit ist sichergestellt, daß die  $^3\text{H}$ -Markierungen stabil sind und sich für Ölverbrauchsmessungen an Verbrennungskraftmaschinen eignen.

Ein generelles Problem bei markierten Verbindungen ist die Autoradiolyse. Die radioaktive Verbindung zerstört sich selbst durch die aus dem radioaktiven Zerfall freiwerdende Energie. Dies trifft besonders für hochradioaktive Verbindungen zu. Aus der Literatur [32] soll hier ein Beispiel angeführt werden, um die Größenordnung abschätzen zu können.

Die Zersetzung wird beschrieben durch die Gleichung:

$$P_d = f \cdot E \cdot s \cdot 5,3 \cdot 10^{-9} G(-M)$$

Dabei sind:

- $P_d$  in %  $\cdot$  Tag<sup>-1</sup>: Anfängliche Zersetzung der Verbindung  
f " 1 : Anteil der von der Substanz absorbierten Energie  
E " eV : Mittlere Energie der Strahlung  
s " mCi  $\cdot$  mMol<sup>-1</sup>: Anfängliche spezifische Aktivität der Verbindung  
G(-M) 1 : Zahl der Moleküle, die pro 100 eV absorbierter Energie zersetzt werden.

Für Tritium mit seiner geringen Strahlungsreichweite ist für die verwendeten Voumina  $f = 1$ . Die mittlere Energie beträgt 5500eV. Damit reduziert sich die Gleichung zu:

$$P_d = 2,9 \cdot 10^{-5} \cdot s \cdot G(-M)$$

Beispiel:

n-Hexadekan Mol.Gew. : 226,4 g  $\cdot$  Mol<sup>-1</sup>  
 $C_{16}H_{34}$  s : 316 mCi mMol<sup>-1</sup>  
Lagerdauer: 8 Monate  
G(-M): 6

$$P_d = 5,5 \cdot 10^{-2} \% \text{ Tag}^{-1}$$

Die in diesem Beispiel vorliegende spezifische Aktivität ist ca. 70 mal größer als die der verwendeten konzentrierten tritierten Ölfraktionen. Unter der Annahme, daß sich die Ölmoleküle bezüglich Autoradiolyse ebenso verhalten wie n-Hexadekan, ist eine Zersetzung von 0,25% pro Jahr hierfür zu erwarten. Damit

stellt sich das Problem der Autoradiolyse für unseren Anwendungsfall nicht.

### 5.3 Meßeinrichtung für Tritiummessung in der Gasphase

#### 5.3.1 Anordnung und Funktionsweise

Bild 27 zeigt den Teil der ausgeführten Meßeinrichtung mit Probenahmestrecke und Motor A. Die Probenahmestrecke ist ein Zwischenstück im Abgasrohr, wo an zwei Stellen über von Wärmetauschern umgebenen Messingrohren Abgasproben von 2 - 5 Litern in Teflonbeutel abgefüllt werden. Direkt hinter der Entnahmestelle 1 wird ein Volumenstrom von ca. 50 Liter pro Stunde Luft zugemischt, die eine spezifische  $^3\text{H}$ -Aktivität von ca.  $4,6 \mu\text{Ci} \cdot \text{l}^{-1}$  hat.

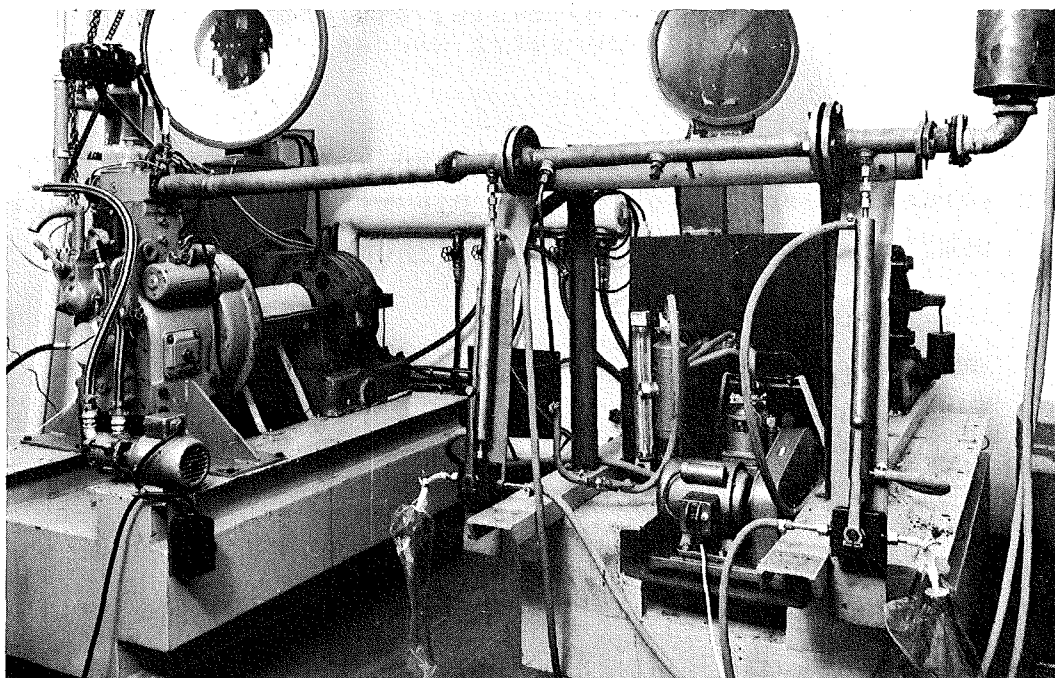


Bild 27: Motorprüfstand mit Probenahmestrecke für Tritiummessung in der Gasphase

Der so zugemischte Aktivitätsstrom liegt in der Größenordnung des Aktivitätsstroms, der vom Ölverbrauch herrührt. Beide Aktivitätsströme werden von demselben Abgasstrom getragen.

Die spezifische Aktivität der Probe 1 ist:

$$\bar{A}_1 = \frac{\dot{V} \cdot a_{\text{ö}}}{\dot{G}}$$

Dabei ist:

$\dot{V}$  in  $\text{g} \cdot \text{h}^{-1}$  : Ölverbrauch  
 $a_{\ddot{o}}$  in  $\mu\text{Ci} \cdot \text{g}^{-1}$ : spezifische Aktivität  
des Öls  
 $\dot{G}$  in  $\text{l} \cdot \text{h}^{-1}$  : Abgasstrom

Für die Probe 2 gilt:

$$\bar{A}_2 = \frac{\dot{V} a_{\ddot{o}} + \dot{Z} a_Z}{\dot{G} + \dot{Z}}$$

Dabei ist:

$\dot{Z}$  in  $\text{l} \cdot \text{h}^{-1}$  : Zumischstrom  
 $a_Z$  in  $\mu\text{Ci} \cdot \text{l}^{-1}$ : spezifische Aktivität des  
Zumischstroms

Wegen  $\dot{Z} \ll \dot{G}$  wird die Bestimmungsgleichung für den Ölverbrauch:

$$\dot{V} = \frac{\dot{Z} \frac{a_Z}{a_{\ddot{o}}}}{\frac{\bar{A}_2}{\bar{A}_1} - 1}$$

In den Probebeuteln befinden sich die Abgasproben der spezifischen Aktivitäten  $\bar{A}_i$ . Sie werden wie folgt in einem großflächigen Proportionalzähler ausgemessen: Der Detektor ist zunächst mit Methan gefüllt. Er wird auf 0,75 des Luftdrucks evakuiert und die Probe  $i$  wird bis zum Druckausgleich in den Detektor gegeben und gemessen. Die Nettoimpulsraten  $I_i$  sind den spezifischen Aktivitäten  $\bar{A}_i$  proportional.

$$\bar{A}_i = k I_i$$

Nach einer beliebig wählbaren Meßzeit wird der Detektor mit Methan gespült und der Vorgang wiederholt sich mit der anderen Probe.



Da  $\dot{V} \frac{a_Z}{a_{\text{O}}} = C$  konstant gehalten wird, vereinfacht sich die Bestimmungsgleichung zu:

$$\dot{V} = \frac{C}{\frac{I_2}{I_1} - 1}$$

Die Abgasproben werden in einem Wärmeschrank bei 75°C gelagert und zur Messung über ein geheiztes Rohr in den Detektor gegeben. Dieser befindet sich selbst in einem zweiten Wärmeschrank bei ebenfalls 75°C. Die Temperaturen müssen so hoch gewählt werden, damit das Tritium nicht in Form von Wasser ausfällt. Hierfür ist jedoch nicht der Taupunkt des Wassers maßgebend, sondern wegen der Anwesenheit von Schwefeldioxid der Säuretaupunkt, der höher liegt.

Die Meßanordnung zum Ausmessen der Abgasproben ist in Bild 28 zu sehen.

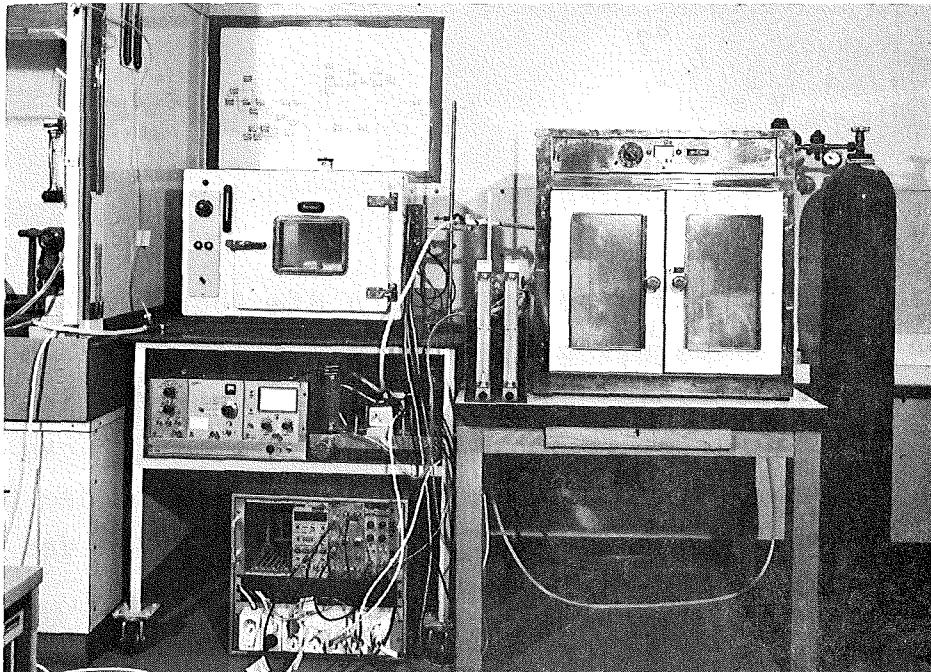


Bild 28: Meßanordnung zum Ausmessen der Abgasproben

Zum Nachweis der gasförmigen Tritiumaktivität wird ein großflächiger Proportionalzähler der Firma Münchner Apparatebau

des Typs DDH 700 verwendet.

Das zu messende tritiumhaltige Gas befindet sich mit Methan vermischt in dem 6 l Volumen des Detektors. Dieser besteht aus drei Zählsystemen, wobei das mittlere zur Messung benutzt wird, während die beiden äußeren mit dem Meßsystem in Antikoinzidenz geschaltet den Untergrund herabsetzen. Bild 29 zeigt die Meßanordnung mit der Elektronik schematisch.

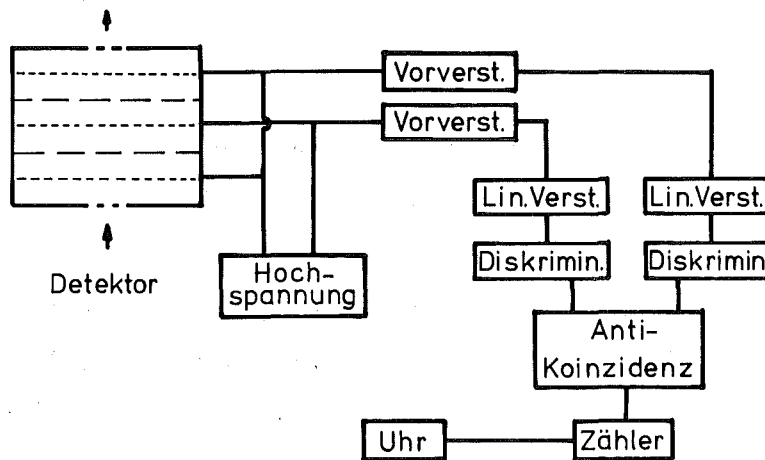


Bild 29: Schema der Elektronik

Beim Zerfall eines Tritiumatoms wird ein  $\beta^-$ -Teilchen einer mittleren Energie von 5,5 keV ( $E_{\max} = 18,6$  keV) ausgesandt. Dieses ist in der Lage, das Methan zu ionisieren. Die Energie zur Bildung eines Ionenpaares in Methan beträgt 30,2 eV [37]. Das aus dem Tritium stammende Elektron kann also im Mittel ca. 200 Ionenpaare bilden.

Im elektrischen Feld des Detektors wandern die Elektronen zur Anode, werden dabei beschleunigt und sind bei entsprechender Hochspannung in der Lage, weitere Gasmoleküle zu ionisieren. So entsteht eine Elektronenlawine, die an der Anode entladen wird. Hierdurch entsteht ein Spannungsstoß, der in einem ladungsempfindlichen Vorverstärker verarbeitet und ein weiteres Mal verstärkt

wird. Ein Integraldiskriminator trennt die Rauschimpulse ab und nach der Antikoinzidenzstufe werden schließlich nur noch die Impulse, die aus dem Meßsystem und vom Tritium stammen, von einem Scaler-Timer registriert.

Erhöht man die Hochspannung des Detektors, so steigt zu Beginn nach einer Einsatzspannung die Impulsrate sehr stark, die Steigung wird im Plateaubereich geringer, um danach wieder sehr stark anzusteigen. Form und Lage dieser Kennlinien eines Detektors sind von einer Vielzahl von Parametern abhängig.

Ogleich über die Funktion von Proportionalzählern sehr viel Arbeiten durchgeführt wurden (Literaturübersicht in [33,37]) werden diese Kenntnisse heute vielfach nicht berücksichtigt. Um die Brauchbarkeit der Proportionalzähler für Ölverbrauchsmessungen beurteilen zu können, sind diese Kenntnisse jedoch notwendig.

Diethorn [34] gibt einen vielfach überprüften Zusammenhang zwischen Gasverstärkung  $A$ , Hochspannung  $V$ , Detektordruck  $p$ , Zählrohrtradius  $r_i$ , Kathodenradius  $r_a$  für zylindrische Zählrohre an

$$\ln A = \frac{V \ln 2}{\Delta V \ln \frac{r_a}{r_i}} \cdot \ln \frac{V}{k \cdot p \cdot r_i \cdot \ln \frac{r_a}{r_i}}$$

$\Delta V$  ist dabei die Energie, die zur Bildung eines Ionenpaares notwendig ist und  $k$  ist eine Detektorkonstante, die angibt, bei welcher Feldstärke (und damit in welchem Abstand von der Anode) für den herrschenden Gasdruck die Gasverstärkung einsetzt.

Mit steigender Temperatur wird die mittlere freie Weglänge der Elektronen größer. Damit wird  $k$  kleiner und die Detektorkennlinie verschiebt sich zu niedrigeren Hochspannungen.

Mit steigendem Druck verschiebt sich die Kennlinie zu höheren Hochspannungen.

Mit zunehmendem Abgasanteil im Detektor wird die mittlere Energie zur Bildung eines Ionenpaares größer und die Kennlinie

verschiebt sich zu höheren Hochspannungen.

Langsame Elektronen können durch bestimmte Moleküle eingefangen werden und mit diesen sehr stabile Ionen bilden. Solche Moleküle sind  $O_2$ ,  $H_2O$ ,  $N_2O$ ,  $NO$ . Sie sind im Abgas je nach Betriebspunkt unterschiedlich stark enthalten und beeinflussen die Kennlinie. Im Gebiet sehr hoher Feldstärke, kann ein negatives Ion sein Elektron verlieren und so eine neue Elektronenlawine erzeugen. Durch diese Vorgänge wird das Kennlinienplateau schmaler und steiler [33, 37].

Bei konstanten elektronischen Verstärkungen und Diskriminatorstellungen wurden Temperatur des Detektors, Detektorinnendruck, Wassergehalt des Gases und das Mischungsverhältnis von zu messendem Gas und Methan untersucht.

### 5.3.2 Druck und Temperatur des Detektors

Mit steigender Temperatur verschiebt sich die Kennlinie zu niedrigeren Hochspannungen. Die Plateaumitten (Wendepunkt der Kennlinie) liegen zwischen 20 und 75°C ca. 200 V auseinander. Die hieraus entstehenden Meßfehler liegen (bezogen auf die 75°C Kennlinie) im Temperaturbereich von 37 - 75°C zwischen 0,15 und 0,25% pro °C. Die Bilder 30 und 31 zeigen den Temperatureinfluß.

Mit zunehmendem Druck verschiebt sich die Kennlinie zu höheren Hochspannungen. Eine Druckänderung von 250 mbar verschiebt die Plateaumitte um ca. 550 V. Eine Druckschwankung von  $\pm 50$  mbar (extreme Wetterbreite) bewirkt einen Fehler von ca. 20%. Die Bilder 32 und 33 zeigen den Einfluß des Detektordrucks.

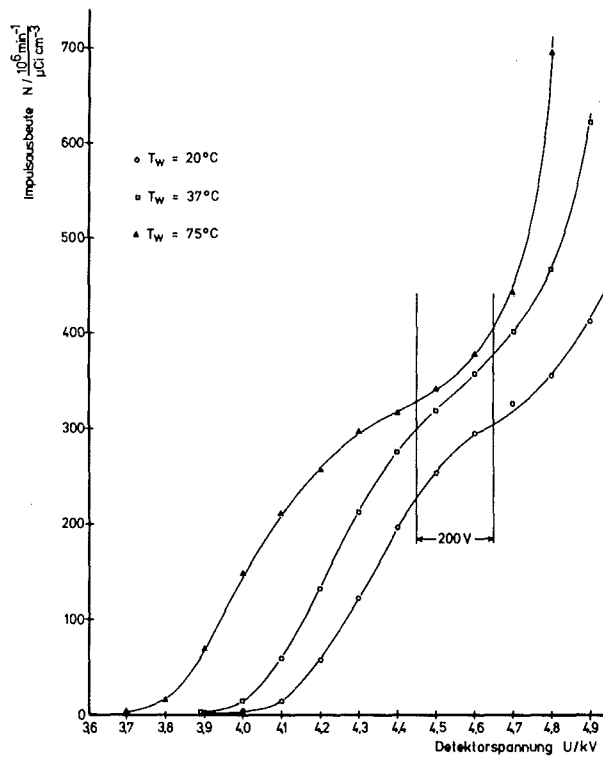


Bild 30: Detektorkennlinien in Abhängigkeit von der Temperatur

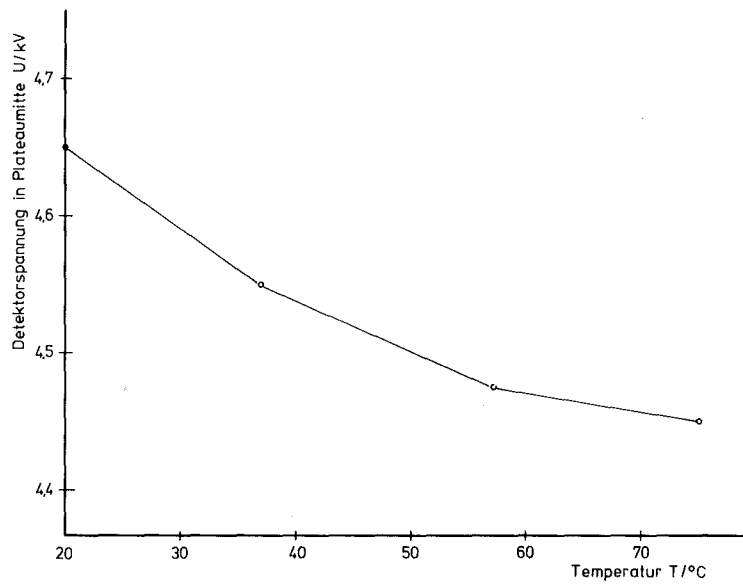


Bild 31: Detektorspannung der Plateaumitte in Abhängigkeit von der Temperatur

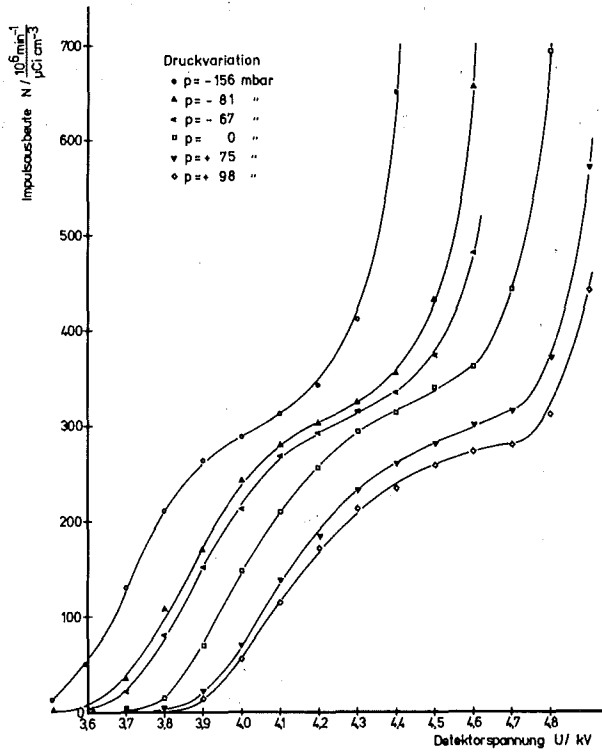


Bild 32: Detektorkennlinien in Abhängigkeit vom Druck

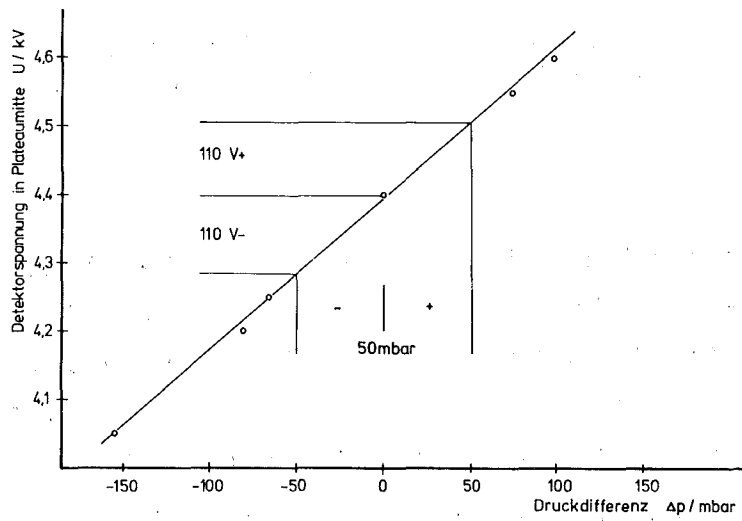


Bild 33: Detektorspannung der Plateaumitte in Abhängigkeit vom Druck

### 5.3.3 Mischungsverhältnis Methan-Abgas und Wassergehalt

In den Bildern 34 - 36 sind die Kennlinien für drei Wassergehalte und 6 Mischungsverhältnisse Luft : Methan dargestellt.

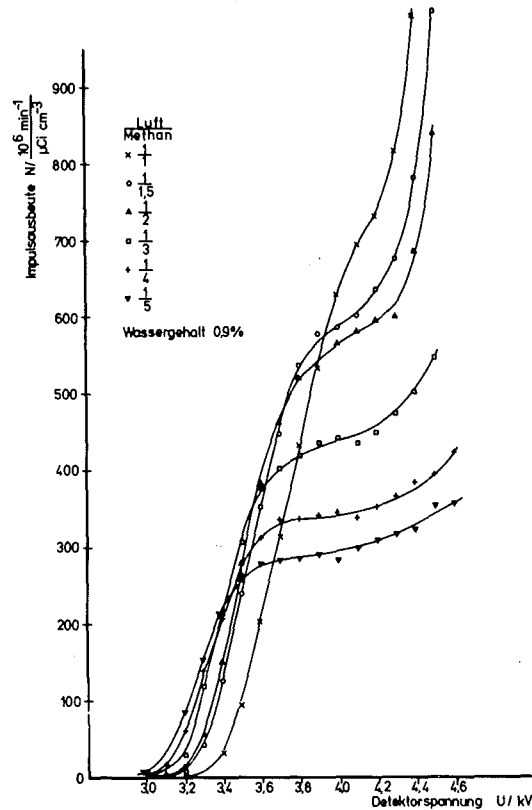


Bild 34: Detektorkennlinie in Abhängigkeit vom Verhältnis Luft:Methan für 0,9% Wassergehalt

Mit zunehmendem Luftgehalt wird das Kennlinienplateau schmaler und steiler. Bei einem Wassergehalt von 4% findet man für ein Mischungsverhältnis von 1 : 1 kein Plateau mehr. Bei einem Wassergehalt von 6% ist bereits bei einem Mischungsverhältnis von 1 : 2 nahezu kein Plateau mehr erkennbar.

Will man Abgase mit so hohen Wassergehalten messen, ist ein Luft : Methan-Verhältnis von mindestens 1 : 3 erforderlich, wenn die Fehler nicht zu groß werden sollen.

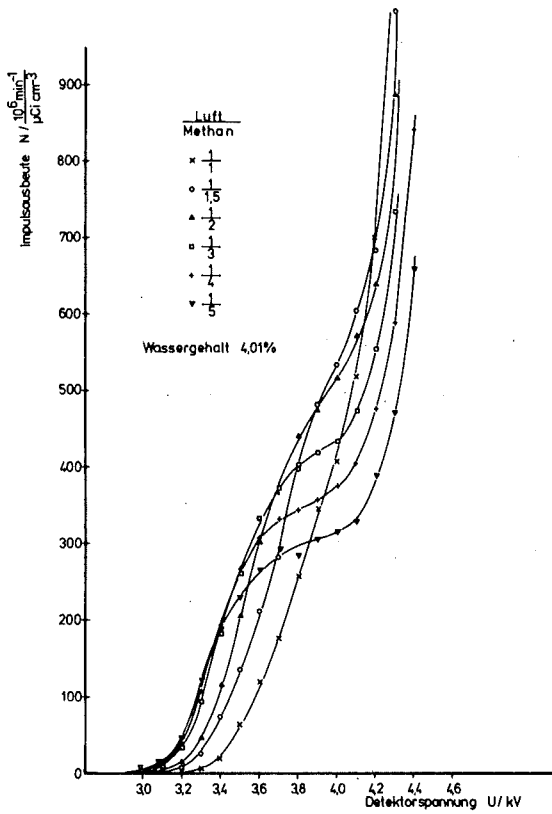


Bild 35: Detektorkennlinie in Abhängigkeit vom Verhältnis Luft:Methan für 4,01% Wassergehalt

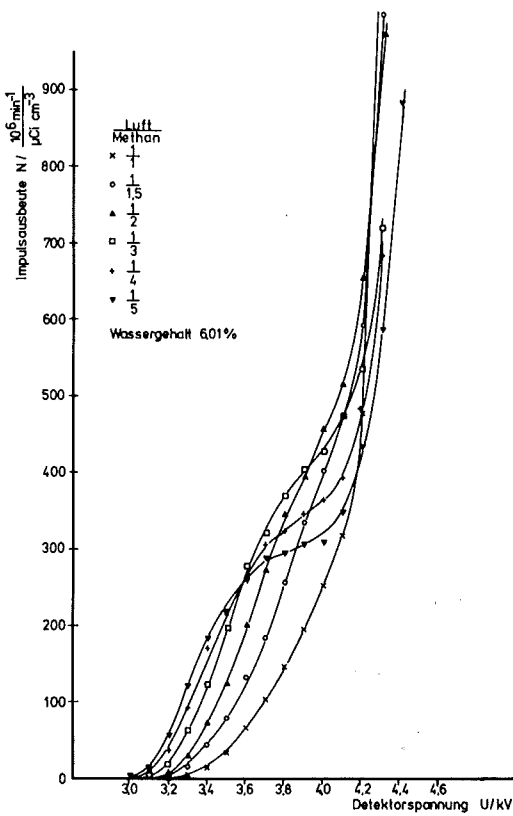


Bild 36: Detektorkennlinie in Abhängigkeit vom Verhältnis Luft:Methan für 6,01% Wassergehalt



Eine Schwankung des Mischungsverhältnisses bewirkt einen Meßfehler, der bei kleinen Wassergehalten größer ist als bei höheren. Für 6% Wassergehalt liegt der Fehler bei einer Mischungsverhältnisdifferenz zwischen 1 : 3 und 1 : 4 um ca. 15% für eine Hochspannung von 3,9 kV.

Die Bilder 37 - 39 zeigen die Impulsausbeute über dem Methananteil des Gemisches. Für eine Messung ist eine hohe Impulsausbeute von Vorteil. Ein flacher Verlauf bzw. ein breites Maximum reduziert die Fehler, die aus Mischungsverhältnisschwankungen herrühren.

So wären aus Bild 37 die Hochspannung 3,9 kV bei einem Mischungsverhältnis von 1 : 1,5 optimal, in Bild 39 4,2 kV bei einem Mischungsverhältnis von 1 : 2 und in Bild 39 4,1 kV bei 1 : 1,5.

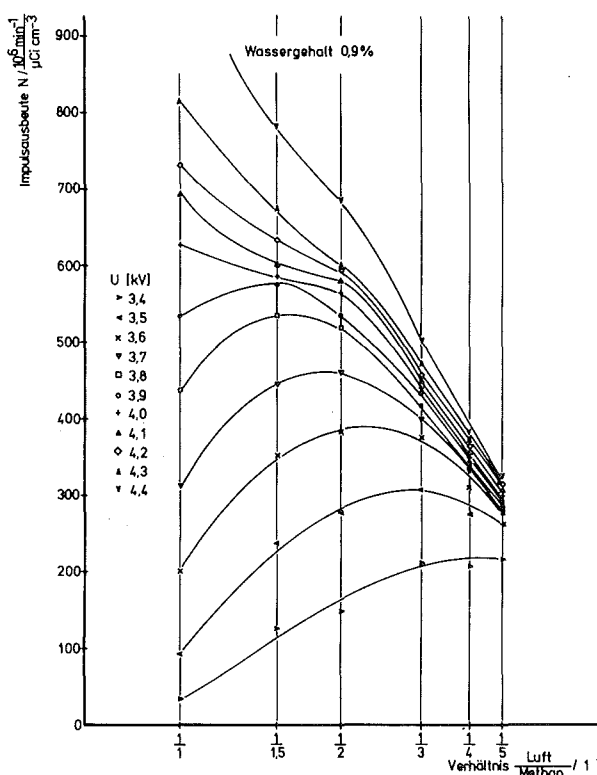


Bild 37: Impulsausbeute in Abhängigkeit vom Verhältnis Luft:Methan und der Detektorspannung (für 0,9% Wassergehalt)

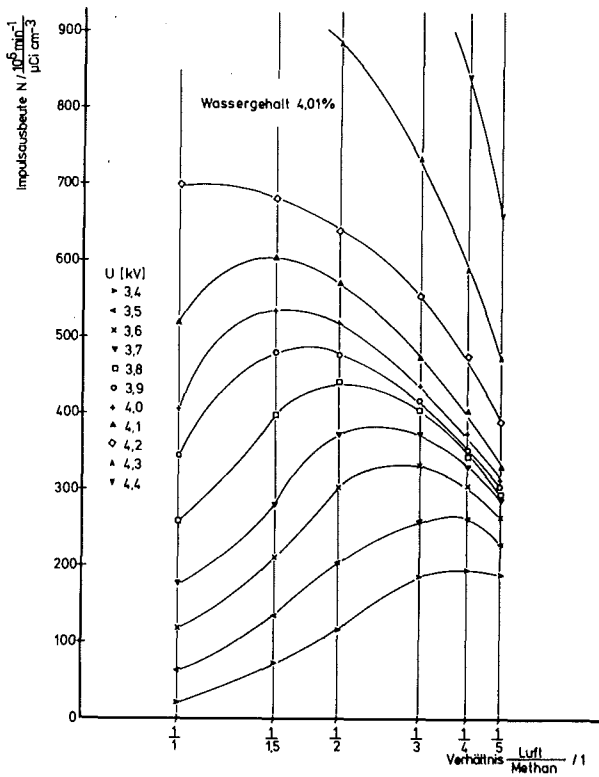


Bild 38: Impulsausbeute in Abhängigkeit vom Verhältnis Luft:Methan und der Detektorspannung (für 4,01% Wassergehalt)

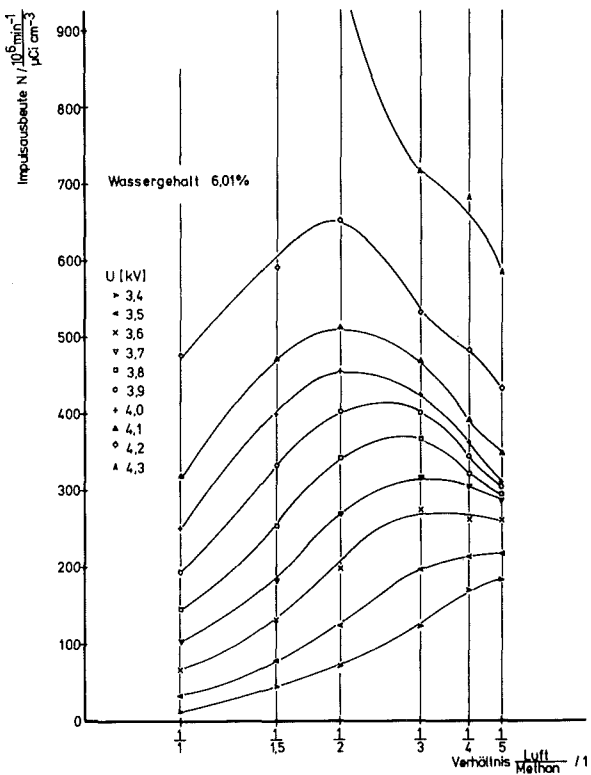


Bild 39: Impulsausbeute in Abhängigkeit vom Verhältnis Luft:Methan und der Detektorspannung (für 6,01% Wassergehalt)

Der Arbeitspunkt sollte jedoch gleichzeitig im Plateaubereich liegen. Als gemeinsamer Arbeitspunkt wurde die Hochspannung 3,9 kV und ein Mischungsverhältnis von 1 : 3 gewählt. Für einen später verwendeten Detektor gleicher Bauart betrug die entsprechende Hochspannung 4,2 kV.

### 5.3.4 Eichungen

In Bild 40 sind die gemessenen Impulsraten über der spezifischen Luftaktivität aufgetragen. Die verschiedenen spezifischen Aktivitäten wurden durch Sättigung trockener Luft mit tritiumhaltigem Wasser bei verschiedenen Temperaturen hergestellt.

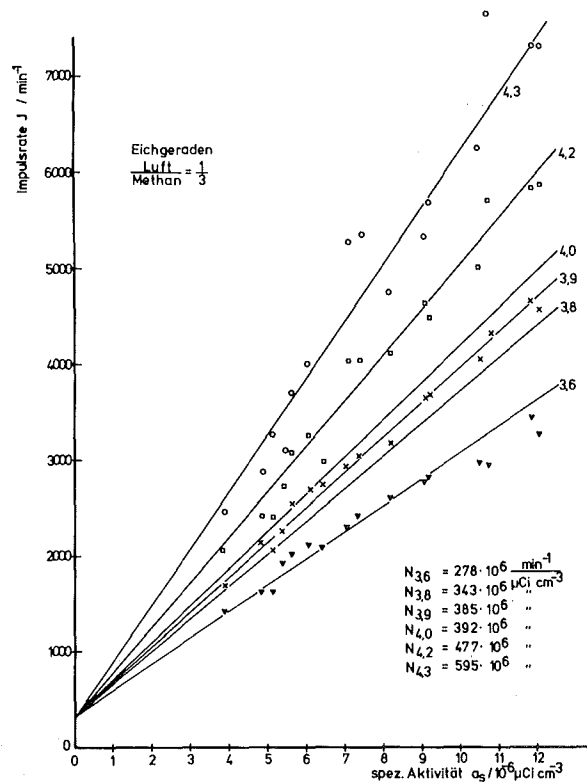


Bild 40: Eichgeraden des Detektors für 6 Detektorspannungen

Die 6 Eichgeraden sind für verschiedene Hochspannungen aufgetragen. Es wird deutlich, daß die Schwankungen der Impulsraten bei 3,9 kV, also in Plateaumitte am geringsten sind. Die Impulsausbeute beträgt hier  $385 \cdot 10^6 \text{ min}^{-1} \cdot \text{cm}^3 \cdot \mu\text{Ci}^{-1}$ .

### 5.3.5 Ölverbrauchsmessungen

Die Probenahme aus dem Abgas dauerte je nach Betriebspunkt 2 - 5 Sekunden. In dieser Zeit wurden durch den Überdruck in der Abgasleitung ca. 2 - 5 Liter Abgas in jeden Teflonbeutel gedrückt. Bei Lagerung und Messung der Abgasproben zeigte sich, daß die Meßanordnung undicht war. Da dieses Problem durch einen Detektor mit gasdichten Hochspannungsbuchsen und durch Metallbeutel lösbar ist, jedoch bei den Arbeiten eine große Zeitverzögerung ergeben hätte, wurden dennoch Messungen durchgeführt, um das prinzipielle Funktionieren der Meßmethode nachzuweisen. Über Mehrfachmessungen aus dem gleichen Probebeutel wurde die Leckrate bestimmt und jede Messung wurde dann auf den Zeitpunkt der Probenahme extrapoliert. Bild 41 zeigt zwei Messungen zur Feststellung der Leckrate. Bild 42 zeigt die Messung der Leckrate durch Druckzunahme eines auf 0,75 bar evakuierten Detektors.

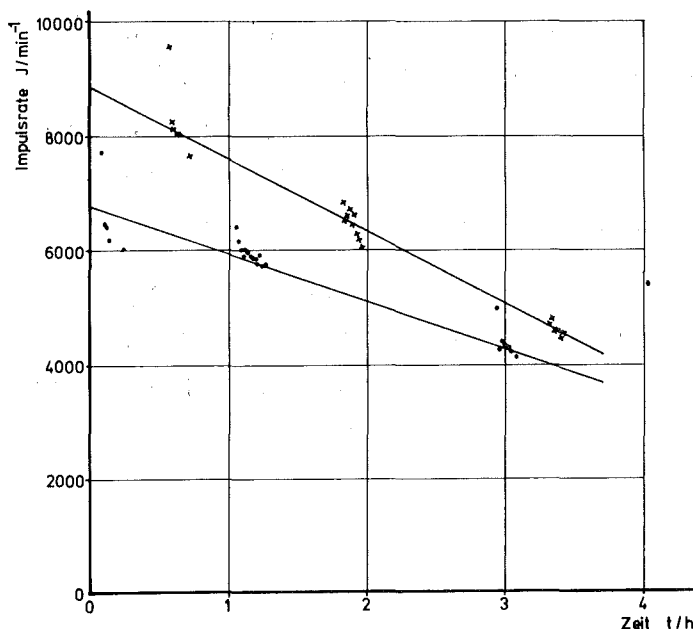


Bild 41: Abnahme der Impulsrate durch Lecks im Probebeutel

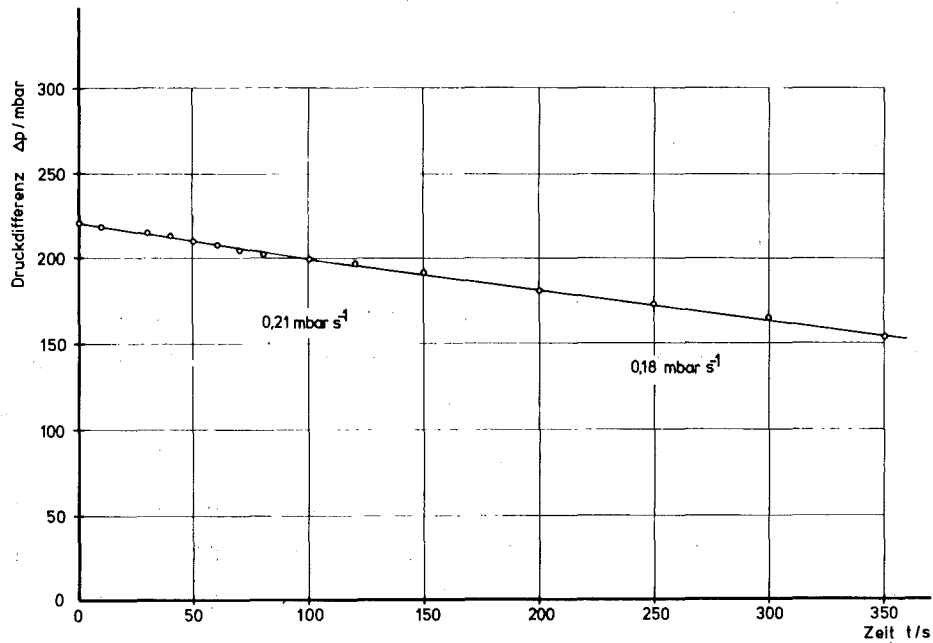


Bild 42: Druckverlust durch Undichtigkeiten des Detektors

Vor Beginn der eigentlichen Ölverbrauchsmessung wurde der Motor mit inaktivem Öl gefahren. Dabei wurde bei verschiedenen Drehzahlen ein konstanter Aktivitätsstrom in die Zumischleitung gepumpt. An der Probestelle 2 wurden bei jedem Betriebspunkt Proben genommen und ausgemessen. Bild 43 zeigt über der Drehzahl die gemessenen Impulsraten. Theoretisch müßte die Impulsrate  $1/n$  proportional sein. Durch ein besseres Füllungsvermögen des Zylinders bei niedrigen Drehzahlen wird aus dieser Funktion in der Praxis nahezu eine Gerade.

Die Bilder 44 und 45 zeigen die Ergebnisse der Messungen. Die Parameter Drehzahl und Mitteldruck wurden variiert. Es wurde mit der relativ zu anderen Messungen [14,16] hohen spezifischen Ölaktivität von  $35 \mu\text{Ci}\cdot\text{g}^{-1}$  gearbeitet.

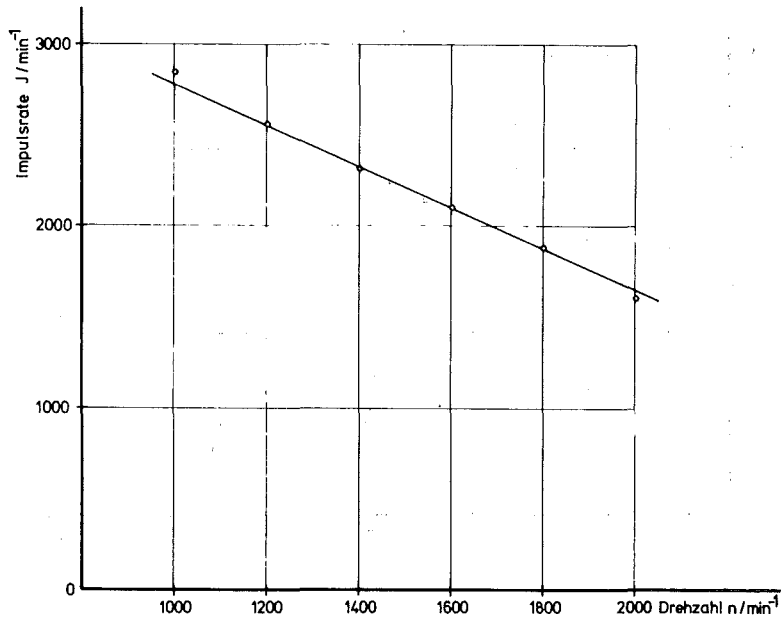


Bild 43: Impulsraten der Gasproben 2 in Abhängigkeit von der Motordrehzahl (konstante Zumischung)

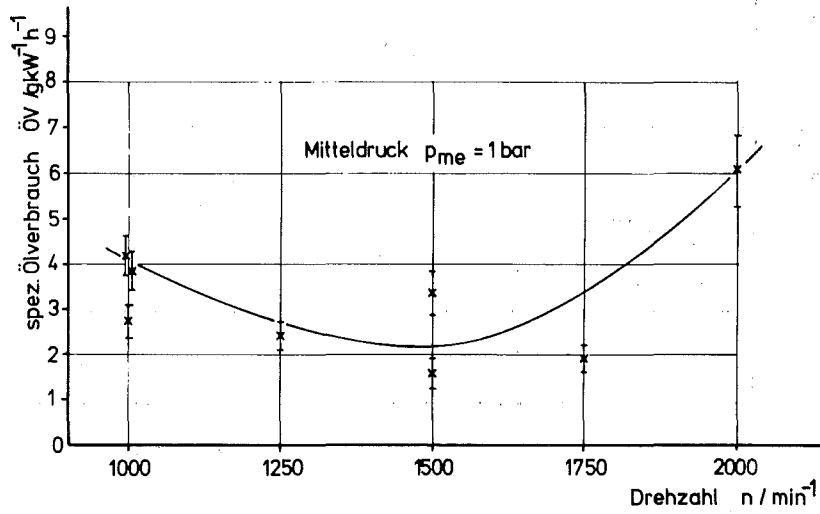


Bild 44a: Spez. Ölverbrauch in Abhängigkeit von der Drehzahl

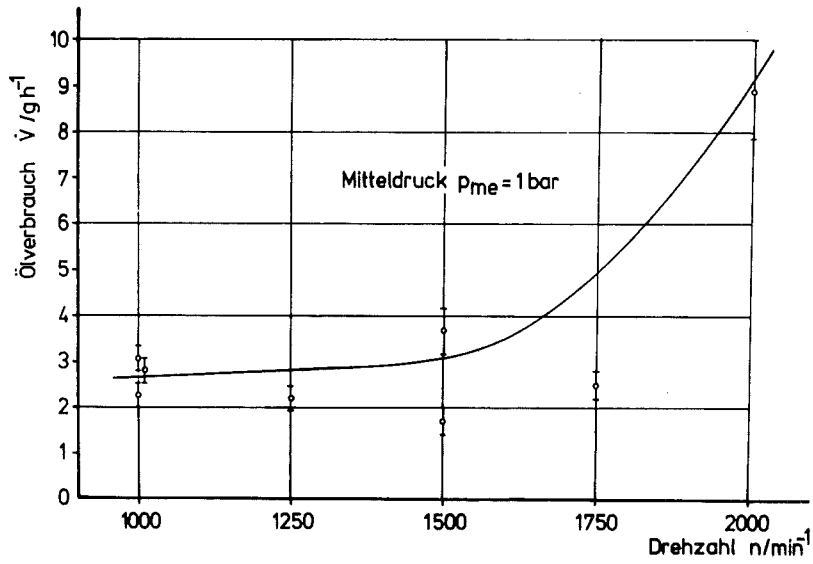


Bild 44b: Ölverbrauch in Abhängigkeit von der Drehzahl

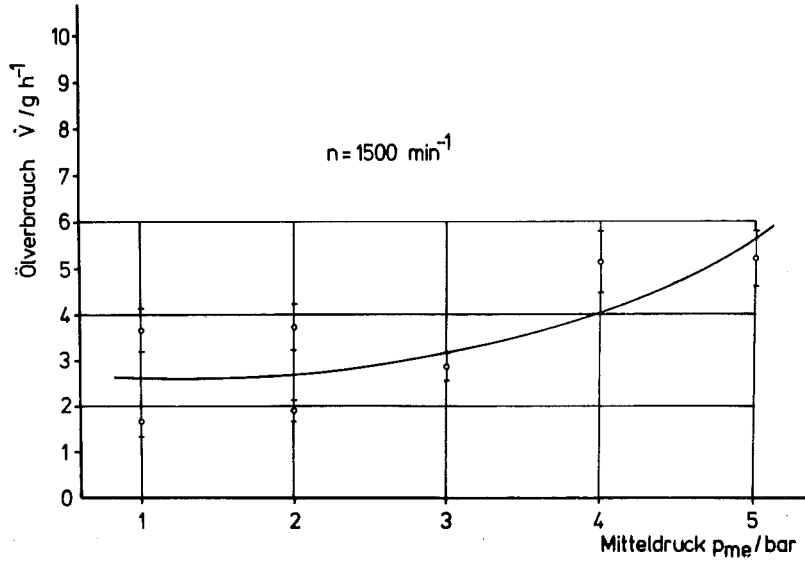


Bild 45b: Ölverbrauch in Abhängigkeit vom Mitteldruck

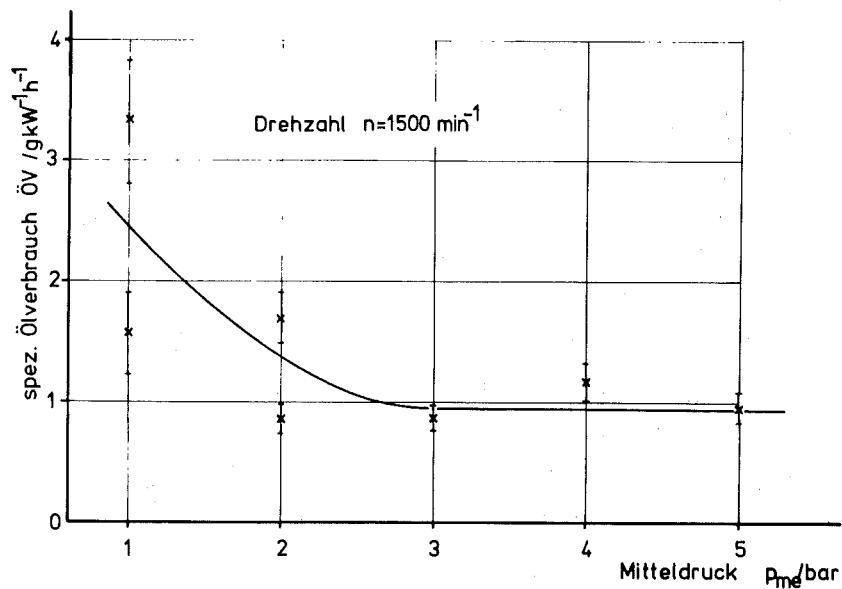


Bild 45a: Spez. Ölverbrauch in Abhängigkeit vom Mitteldruck

#### 5.4 Meßeinrichtung für Tritiummessung in der Flüssigphase

##### 5.4.1 Anordnung und Funktionsweise

Bild 46 zeigt die ausgeführte Meßeinrichtung, die an den Motor A angeschlossen ist.

Es wurde die gleiche Probenahmestrecke verwendet wie sie in Kapitel 5.3 beschrieben ist, jedoch wurden die beiden Abgas-teilstrome katalytisch nachverbrannt ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  + Platin) und in Wärmetauschern wurde das Abgas so weit heruntergekühlt, daß Wasser ausfiel. Von diesen Wasserproben wurde mit Hilfe der Flüssigszintillationsmeßtechnik die spezifische Aktivität bestimmt.

Der Wasserstrom  $\dot{W}$ , der vom Abgas getragen wird, ergibt sich zu:

$$\dot{W} = \dot{K}k + \dot{L}f + \dot{V}v$$



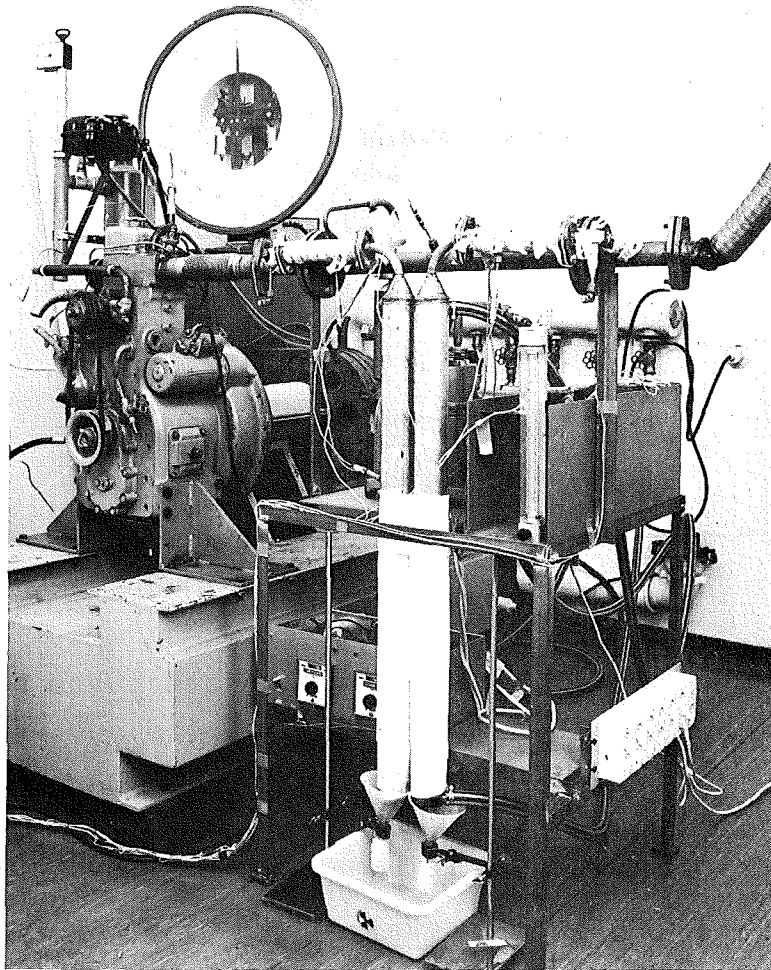


Bild 46: Motorprüfstand mit Probenahmeeinrichtung zur Tritiummessung in der Flüssigphase

- Dabei sind:  $\dot{K}$  in  $g\ h^{-1}$  : Kraftstoffstrom  
 $\dot{L}$  in  $g\ h^{-1}$  : Luftstrom  
 $\dot{V}$  in  $g\ h^{-1}$  : Ölverbrauch  
 $k$  in 1 : Wasserbildungskonstante des Kraftstoffs  
 $v$  in 1 : Wasserbildungskonstante des Öls  
 $f$  in 1 : Wassergehalt der Luft

Die spezifische Aktivität des Wassers  $a_{w1}$  an der Stelle 1 ergibt sich zu:

$$a_{w1} = \frac{\dot{V} a_{\ddot{o}}}{\dot{W}}$$

mit  $a_{\ddot{o}}$  in  $\mu\text{Ci} \cdot \text{g}^{-1}$ : spezifische Aktivität des Öls

An der Stelle 2 stellt sich die spezifische Aktivität  $a_{w2}$  ein:

$$a_{w2} = \frac{\dot{V} a_{\ddot{o}} + \dot{z} a_z}{\dot{W} + \dot{z}}$$

wobei:

$\dot{z}$  in  $\text{g} \cdot \text{h}^{-1}$ : zugemischter Wasserstrom

$a_z$  in  $\mu\text{Ci} \cdot \text{g}^{-1}$ : spezifische Aktivität des zugemischten Wassers

Wegen  $\dot{z} \ll \dot{W}$  wird die Bestimmungsgleichung für den Ölverbrauch:

$$\dot{V} = \frac{\dot{z} \frac{a_z}{a_{\ddot{o}}}}{\frac{a_{w2}}{a_{w1}} - 1}$$

Von den Wasserproben wird je 1 ml mit 20 ml Flüssigszintillatorlösung vermischt und ausgemessen. Die gemessenen Nettoimpulsraten  $I$  sind der spezifischen Aktivität  $a_w$  proportional. Da

$\dot{z} \frac{a_z}{a_{\ddot{o}}} = C$  konstant gehalten wird, vereinfacht sich die Bestimmungsgleichung für den Ölverbrauch zu:

$$\dot{V} = \frac{C}{\frac{I_2}{I_1} - 1}$$

Von den Kondensatproben wurden jeweils 1 ml abpipettiert, mit 20 ml Flüssigszintillator (Insta-Gel) verdünnt und bei einer Zählzeit von 1 Minute ausgemessen. Dabei lagen die Impulsraten zwischen  $10^4 - 10^5 \text{ min}^{-1}$ , so daß die Fehler durch die Statistik des radioaktiven Zerfalls unter 1% liegen.

In den Kondensatproben ist Ruß enthalten, der sich zum Teil an den Wandungen des Probefläschchens absetzt, zu einem geringen Teil aber fein verteilt im Kondensat vorliegt. Hierdurch sind die aufbereiteten Proben unterschiedlich lichtdurchlässig, wodurch die Nachweiswahrscheinlichkeit bei der Messung beeinflußt wird. Bei jeder Messung wird daher routinemäßig mit externen Standards der E-Wert (das ist die Abweichung von der ideal durchsichtigen Probe) bestimmt. Dem E-Wert fest zugeordnet ist die Nachweiswahrscheinlichkeit. Der Zusammenhang ist in Bild 47 dargestellt. Da eine unterschiedliche Lichtdurchlässigkeit auf diese Art korrigiert wird, ist eine Filtration der Proben, wie sie in [5] beschrieben ist, nicht notwendig.

Auch eine unterschiedliche chemische Zusammensetzung kann die Nachweiswahrscheinlichkeit verändern. In [5] wird eine solche Veränderung durch den  $p_H$ -Wert der Probe beschrieben. Der  $p_H$ -Wert der Kondensatproben lag je nach Betriebsbedingungen zwischen 2 und 4. Er war für beide Proben eines Paares stets gleich. Durch die hier verwendete Vergleichsmessung entsteht daher kein Meßfehler. Die Kondensatproben brauchten deshalb im Gegensatz zu den Arbeiten in [5] nicht chemisch behandelt zu werden.

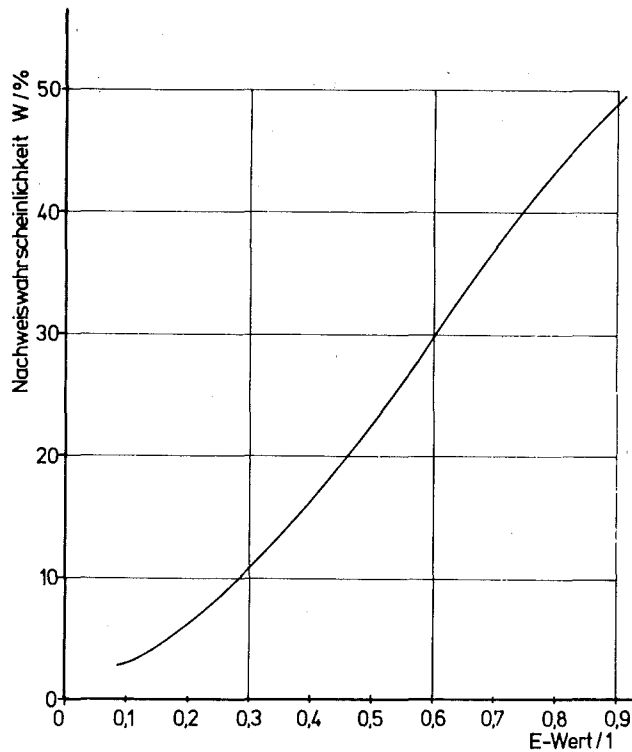


Bild 47: Abhängigkeit der Nachweiswahrscheinlichkeit vom E-Wert

#### 5.4.2 Ölverbrauchsmessungen

Das katalytisch nachverbrannte Abgas der beiden Teilströme wurde in 12-rohrigen Gegenstromwärmetauschern von 1 Meter Länge auf ca. 13°C heruntergekühlt. Dabei fällt je nach Betriebspunkt zwischen 0,5 und 2 ml Kondensat pro Minute an. Dies wurde in kleinen Probeflaschen aufgefangen. Da sich an den Außenflächen der Wärmetauscher Wasser aus der Raumluft niederschlägt, wurden die Wärmetauscher mit Löschpapier umwickelt, um zu verhindern, daß dieses Wasser die Kondensatproben aus dem Abgas verdünnt. Nach jeweils 10 Minuten wurden die Probefläschchen gewechselt.

An der inneren Oberfläche des Kühlers schlägt sich das Kondensat nieder und läuft langsam herunter. Hierdurch ergibt sich beim Übergang von einem Betriebspunkt auf den anderen eine

Verzögerung, bis das aufgefangene Kondensat die spezifische Aktivität hat, die dem neuen Betriebspunkt entspricht. Bei der Messung des Ölverbrauchs eines Betriebspunktes mit dieser Anlage müssen die ersten 10 - 20 ml Kondensat verworfen werden. Für eine Messung werden daher ca. 30 Minuten benötigt. Bild 48 zeigt die gemessenen Ölverbräuche für 9 Betriebspunkte.

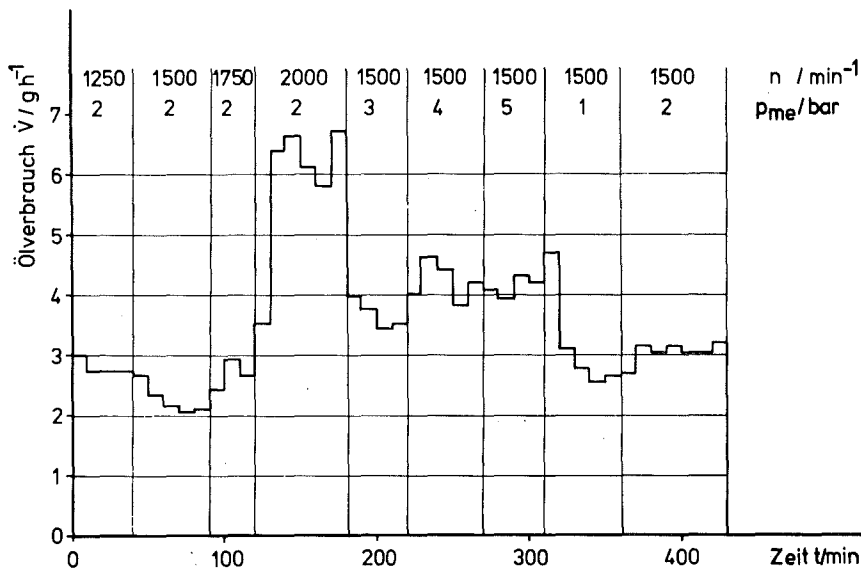


Bild 48: Ölverbräuche von 9 Motorbetriebspunkten

Die für die Messung eines Betriebspunktes notwendige Zeit kann verkürzt werden, wenn die Abgasteilströme nur bis knapp oberhalb des Taupunktes abgekühlt werden und die Kondensation z.B. von Kältemittelkühlschlangen geringer Oberfläche übernommen wird. In diesem Fall müssen nur ca. 2 ml gesammelt werden, denn zur Bestimmung der spezifischen Aktivität des Kondensats ist nur 1 ml notwendig. In einer technischen Anlage ließe sich die Meßzeit somit auf ca. 5 Minuten pro Betriebspunkt erniedrigen.

Die Bilder 49 und 50 zeigen die gemessenen Ölverbräuche in Abhängigkeit von der Drehzahl und vom Mitteldruck. Mehrfach gefahrene Betriebspunkte ließen sich gut reproduzieren.

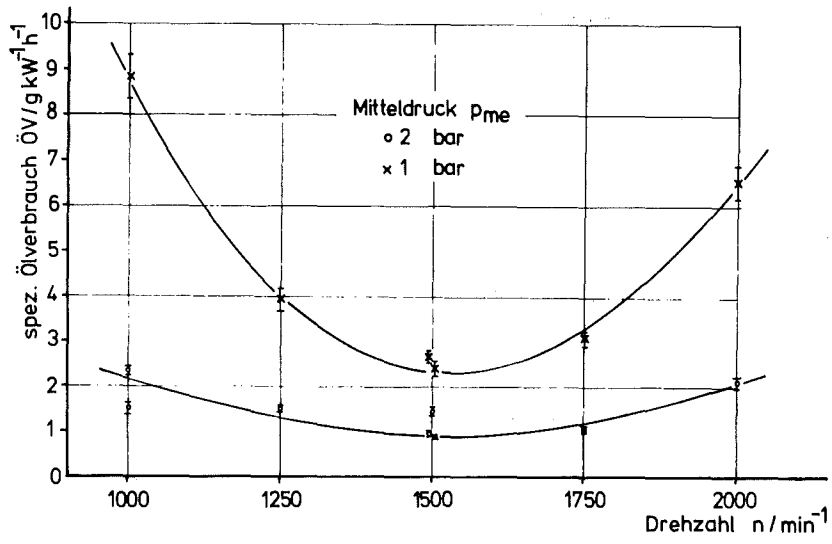


Bild 49a: Spez.Ölverbrauch in Abhängigkeit von der Drehzahl

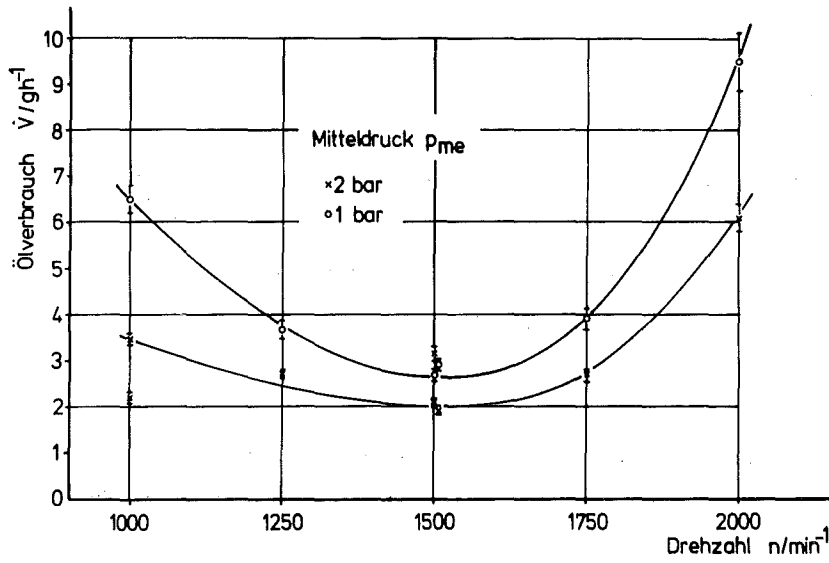


Bild 49b: Ölverbrauch in Abhängigkeit von der Drehzahl

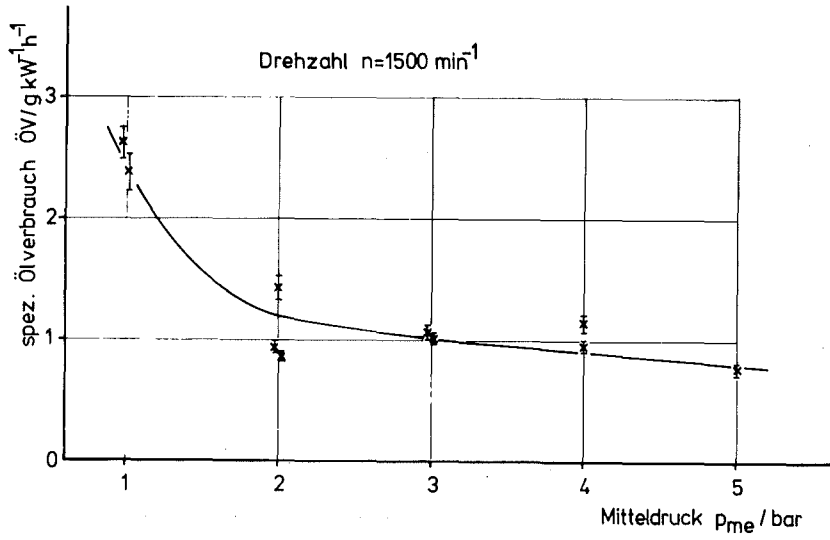


Bild 50a: Spez.Ölverbrauch in Abhängigkeit vom Mitteldruck

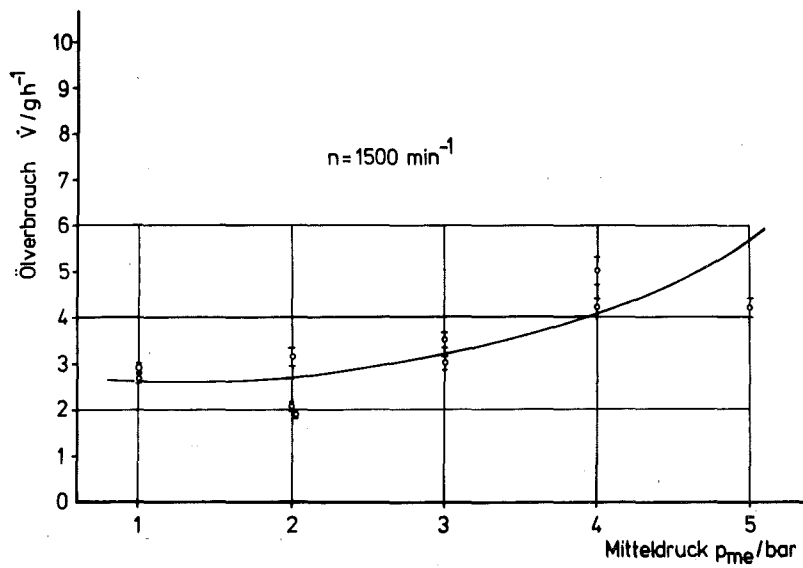


Bild 50b: Ölverbrauch in Abhängigkeit vom Mitteldruck

### 5.5 Vergleich der Ölverbrauchsmeßeinrichtungen mit Flüssigszintillations- und Gasetektor

Die beiden vorgestellten Meßeinrichtungen stimmen in weiten Teilen überein. So wird mit einem Öl gleicher Markierung gearbeitet (über dem Siedebereich gleichverteilte Tritiummarkierung), es werden Teilströme zur Messung herangezogen. Durch eine Zuzmischung von tritiumhaltiger Luft wird die Messung der Ansaugdaten bei beiden Meßeinrichtungen vermieden.

Der Nachweis der Tritiumaktivität geschieht jedoch auf vollständig unterschiedliche Weise. Die Tritiummessung in der Gasphase ist generell schwierig zu handhaben. Durch die hier vorgestellte Kompensationsmeßmethode werden die Fehlermöglichkeiten im Vergleich zur bisher angewandten Methode [ 14,16 ] zwar erheblich reduziert, können jedoch nicht vollständig beseitigt werden. Die Detektoren sind sehr anfällig gegen jede Art von Schmutz in flüssiger oder fester Form. Sie sind leicht kontaminierbar und nur durch sehr lange Spülzeiten (ca. 10 Stunden) wieder zu reinigen. Wiederholt kam es bei den durchgeführten Messungen zu Zähl drahtbrüchen und somit zum Ausfall einzelner Zählsysteme. Leichte Erschütterungen beeinflussen die Form der Spannungsimpulse und führen zu Fehlern. Mit dieser Meßeinrichtung sind daher nur bei guter Kenntnis des Detektorverhaltens Messungen möglich. Die Messung des Tritiumgehaltes in der Flüssigphase ist erheblich leichter zu handhaben. Hierbei kam es nie zu Störungen oder Ausfällen ähnlich schwerwiegender Art. Bei dieser Meßeinrichtung bietet sich sogar die Möglichkeit zur Automatisierung an.

Bei der Messung in der Gasphase stellten sich Impulsraten zwischen 500 und 5000  $\text{min}^{-1}$  ein, während es in der Flüssigphase bei gleicher spezifischer Ölaktivität zwischen  $10^4$  und  $10^5 \text{ min}^{-1}$  waren. Die daraus resultierenden statistischen Fehler sind bei der Flüssigphasenmessung entsprechend geringer. Für die Messung eines Gasprobenpaares sind ca. 40 Minuten notwendig, während ein Flüssigprobenpaar in ca. 5 Minuten gemessen ist.

Ein weiterer Unterschied der Meßeinrichtungen besteht in der Probenahmezeit, die für die Gasphase bei einigen Sekunden,



für die Flüssigphase bei einigen Minuten liegt. Motorbedingte Kurzzeitschwankungen (< 5 Minuten) des Ölverbrauchs lassen sich daher nur mit der Gasphasenmessung erfassen.

Als weitere Beurteilungsgröße wurden für beide Meßeinrichtungen die mittleren Fehler bestimmt nach:

$$\Delta \dot{V} = \sqrt{\left(\frac{\partial \dot{V}}{\partial \dot{Z}}\right)^2 \cdot \Delta \dot{Z}^2 + \left(\frac{\partial \dot{V}}{\partial I_1}\right)^2 \cdot \Delta I_1^2 + \left(\frac{\partial \dot{V}}{\partial I_2}\right)^2 \cdot \Delta I_2^2 + \left(\frac{\partial \dot{V}}{\partial U}\right)^2 \cdot \Delta U^2}$$

und

$$\dot{V} = \frac{C^* \cdot \dot{Z}}{\frac{I_2^* - U}{I_1^* - U} - 1}$$

mit

$$\dot{Z} = 48 \pm 2 \text{ l h}^{-1}$$

$$I^* = \bar{I}^* + \sqrt{\bar{I}^*}$$

$$U = 250 \pm 50 \text{ min}^{-1} \text{ Untergrundzählrate für Gasphase}$$

$$U = 25 \pm 5 \text{ min}^{-1} \text{ Untergrundzählrate für Flüssigphase}$$

Unter gleichen Randbedingungen betragen diese mittleren Fehler  $\frac{\Delta \dot{V}}{\dot{V}}$ :  $\pm 13\%$  für die Gasphasenmessung,  $\pm 6\%$  für die Flüssigphasenmessung.

6. ÖLVERBRAUCHSMESSSYSTEME FÜR  
KOLBENMASCHINEN MIT VERNACH-  
LÄSSIGBAR KLEINEM SELEKTIVEN  
ÖLVERBRAUCH

6.1 Ölverbrauchsmeßsystem mit  $^{65}\text{Zn}$ -Markierung

6.1.1 Meßmethode

Das Öl im Sumpf des Kompressors wird radioaktiv markiert. Das während des Betriebs verbrauchte Öl wird von der Druckluft in einen Filter transportiert, wo es zurückgehalten wird. Der Filter befindet sich in einem Plastiksintillationsdetektor, der die aufgesammelte Aktivität mißt.

6.1.2 Ölmarkierung

6.1.2.1 Verhalten des ZDTP im Kompressor

Bei Kompressoren findet kein nennenswerter selektiver Ölverbrauch statt (siehe Bilder 10 und 11 in Kap. 2.2). Das bedeutet, daß an eine Ölmarkierung für diesen Anwendungsfall geringere Anforderungen gestellt werden. Eine Gleichmarkierung über den gesamten Siedebereich ist hier nicht erforderlich. Die Markierungssubstanz muß lediglich im Öl gelöst vorliegen und seine Konzentration muß während der Laufzeit des Öls konstant bleiben.

Dies wurde in einem Kompressorversuchslauf untersucht. Es wurde ein Öl niedriger Siedelage (leicht flüchtig) gewählt, da sich ein eventueller selektiver Ölverbrauch hier am stärksten bemerkbar macht. Das Öl wurde während des Versuchs weder gewechselt noch ergänzt. Während einer Laufzeit von 530 Stunden wurden zeitlich aufeinanderfolgend 6 Ölproben gezogen. Der Zinkgehalt dieser Proben wurde mit Hilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse bestimmt (Tabelle 4). Die Impulsrate ist mit einem statistischen Fehler von  $\pm 0,25\%$  behaftet. Die Zn-Konzentration schwankt nur innerhalb dieser Fehlergrenzen. Zur weiteren Kontrolle wurden die Siedelinien des Öls vor und nach dem Versuchslauf bestimmt. Dazu wurde jedes Öl mindestens 3 mal destilliert und die Siedelinie daraus gemittelt. Die Abweichungen der Siede-

Linien (Bild 11) liegen innerhalb der Meßgenauigkeit der Destillation.

Tabelle 4:

Laufzeit h	Impulsrate 1/100 s	Zn-Gehalt ppm
0	170620	1000
20	171650	1016
108	171220	1009
247	171400	1011
389	170370	996
530	170630	1000

In diesem Fall liegt in den Grenzen der Meßgenauigkeit nur nichtselektiver Ölverbrauch vor. Damit muß nur die reduzierte Forderung an die Markierung gestellt werden. Eine Markierung mit  $^{65}\text{Zn}$  ist für eine Ölverbrauchsmeßmethode für Kompressoren zulässig, wenn die markierten Zinkverbindungen im Öl gelöst, bzw. im Ölvolumen gleichmäßig verteilt sind und bleiben. Das wurde durch die Versuche nachgewiesen.

#### 6.1.2.2 Herstellung der Markierung

Für eine Markierung des Öls mit  $^{65}\text{Zn}$  bestehen prinzipiell zwei Möglichkeiten:

1. Das Zn-Additiv wird mit  $^{65}\text{Zn}$  synthetisiert
2. Inaktives Zn-Additiv wird im Reaktor bestrahlt.

Die erste Alternative ist sehr aufwendig und wurde daher nur als Ausweidlösung theoretisch betrachtet. Firmen der chemischen Industrie, die radioaktive Markierungen durchführen, waren nicht in der Lage, die gewünschten Zinkverbindungen herzustellen, da auf diesem Gebiet keine Erfahrung vorlag. Die Additivhersteller arbeiten vorwiegend nach patentierten Verfahren in großtechni-

schem Maßstab und zum Teil mit Abfallprodukten anderer Chemiebetriebe. Eine Unterstützung von dieser Seite war nicht möglich.

Zur Überprüfung der Alternative 2 wurden Probebestrahlungen im Reaktor durchgeführt. Dabei wurden die eingesetzten Zn-Additive, Menge, Bestrahlungsdauer und Bestrahlungsposition variiert.

Das Additiv wurde für die Bestrahlung in eine Quarzglasampulle eingeschmolzen. Die erste erfolgreiche Bestrahlung wurde mit 551,5 mg Dialkyldithiophosphat durchgeführt. Für die Bestrahlungsdauer von 30 Minuten wurde bei der Flußdichte von  $8 \cdot 10^{13} \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}$  und der bekannten Zusammensetzung des Additivs für die entstehenden Radionuklide die in Tabelle 5 enthaltenen Aktivitäten nach [35] berechnet.

Tabelle 5:

Element	Gewicht mg	entst. Radio- nuklid	Halbwerts- zeit d	berechn. Aktivit. $\mu\text{Ci}$	Strahlung	
					Art	Energie MeV
Zn	54,05	$^{65}\text{Zn}$	245	20	$\gamma$	1,115
		$^{69\text{m}}\text{Zn}$	0,58	497	$\gamma$	0,44
P	46,88	$^{32}\text{P}$	14,2	375	$\beta$	1,71
S	97,06	$^{32}\text{P}$	14,2	229	$\beta$	1,71
		$^{33}\text{P}$	25	6	$\beta$	0,25
		$^{35}\text{S}$	87	7	$\beta$	0,166

Die einzigen entstehenden  $\gamma$ -Strahler sind die Nuklide  $^{65}\text{Zn}$  und  $^{69\text{m}}\text{Zn}$ . Letzteres entsteht zwar mit sehr viel höherer Aktivität als  $^{65}\text{Zn}$  ist jedoch wegen einer kurzen Halbwertszeit von nur 13,9 Stunden bereits nach einer Woche auf  $0,1 \mu\text{Ci}$  abgefallen. Die anderen entstandenen Radionuklide sind  $\beta$ -Strahler, die leicht abschirmbar sind und die Messung dann nicht stören.

Organische Substanzen wie die Öladditive können im Neutronenfluß polymerisieren und dabei fest und öllöslich werden. Dies geschah bei der Probestrahlung eines Zinkdiaryldithiophosphats. Das oben beschriebene Zinkdialkyldithiophosphat zeigte nach der Bestrahlung keine wahrnehmbare Veränderung in Konsistenz und Öllöslichkeit.

### 6.1.2.3 Stabilität der Markierung

Zur Überprüfung der Öllöslichkeit wurde folgendes Experiment durchgeführt: Das bestrahlte Additiv wurde mit einem SAE 10 W Öl verdünnt und in ein Reagenzglas gefüllt. Das Glas wurde in einen NaJ-Bohrlochkristall gestellt und die Impulsrate über einige Stunden gemessen.

Die Nachweiswahrscheinlichkeit des NaJ-Bohrlochmeßplatzes ist stark abhängig von der Höhe einer Punktquelle über dem Bohrlochgrund (Bild 51). Das Reagenzglas hat eine Füllhöhe von 7 cm und stand mit seinem Boden 2 cm über dem Bohrlochgrund. Ein radioaktives Tröpfchen wird am Reagenzglasboden mit einer um den Faktor 7,5 höheren Impulsrate nachgewiesen als dasselbe Tröpfchen an der Oberfläche (9 cm über dem Bohrlochgrund) des Glases.

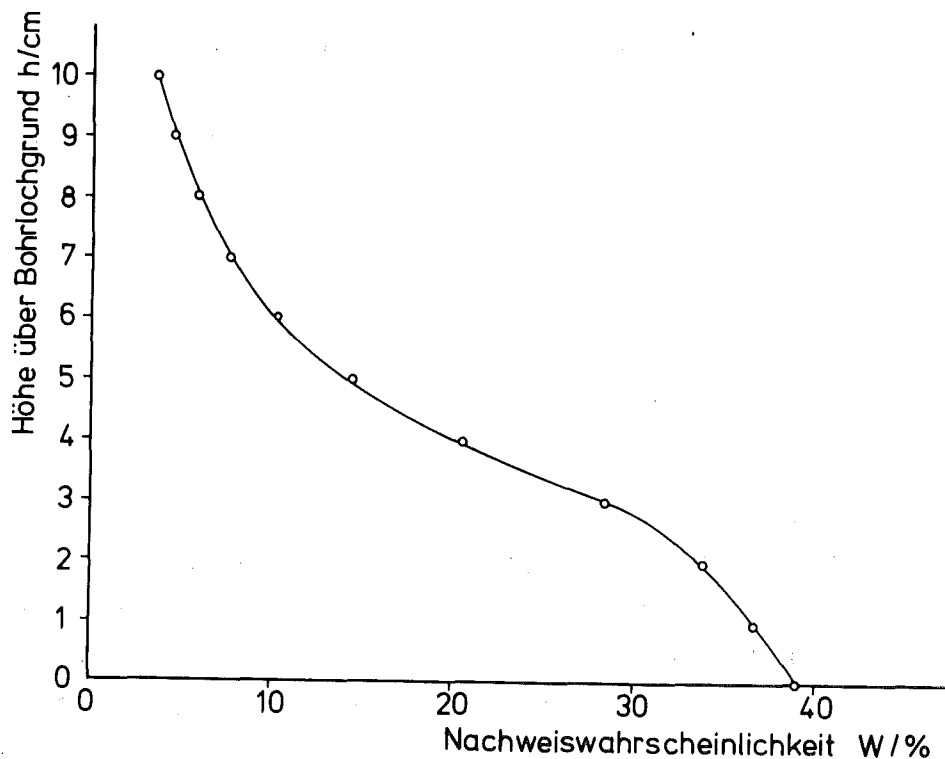


Bild 51: Nachweiswahrscheinlichkeit des Bohrlochkristalls in Abhängigkeit von der Höhe über Bohrlochgrund (für  $^{65}\text{Zn}$ )

Wenn nach einer intensiven Durchmischung von Öl mit dem aktiven Additiv die Zählrate steigt, so ist dies ein Zeichen für eine Entmischung, bei der die aktiven Stoffe absinken.

Im ersten Entmischungsversuch sank die Zählrate in 26 Stunden um 0,3%, im zweiten stieg sie um 0,1% in 17 Stunden.

Zur weiteren Kontrolle der Gleichverteilung der Aktivität wurde dem Öl vor Beginn des Versuchs 1 ml entnommen und nach dem Versuch je 1 ml aus dem oberen, mittleren und unteren Teil des Reagenzglases herauspipettiert. Die spezifischen Aktivitäten dieser Proben sind in Tabelle 6 zusammengestellt.

Tabelle 6:

Probe	spez. Aktivität $\mu\text{Ci g}^{-1}$
Oben	0,1071
Mitte	0,1099
Unten	0,1021
Gemisch vor Versuch	0,1058

Auch diese Werte streuen nur innerhalb der Meßgenauigkeit. Das Additiv ist also auch nach der Bestrahlung öllöslich, bzw. es liegt im Ölvolumen gleichverteilt vor. Auch bei den späteren Messungen, die über mehrere Monate liefen, konnte keine Entmischung festgestellt werden.

### 6.1.3 Meßeinrichtung

#### 6.1.3.1 Anordnung und Funktionsweise

In den Bildern 52 und 53 wird die Meßanordnung schematisch und in der ausgeführten Form gezeigt.

Der Kompressor wird von einem regelbaren Gleichstrommotor angetrieben. Die komprimierte Luft tritt durch ein Rohr in

Schematischer Prüfstands Aufbau

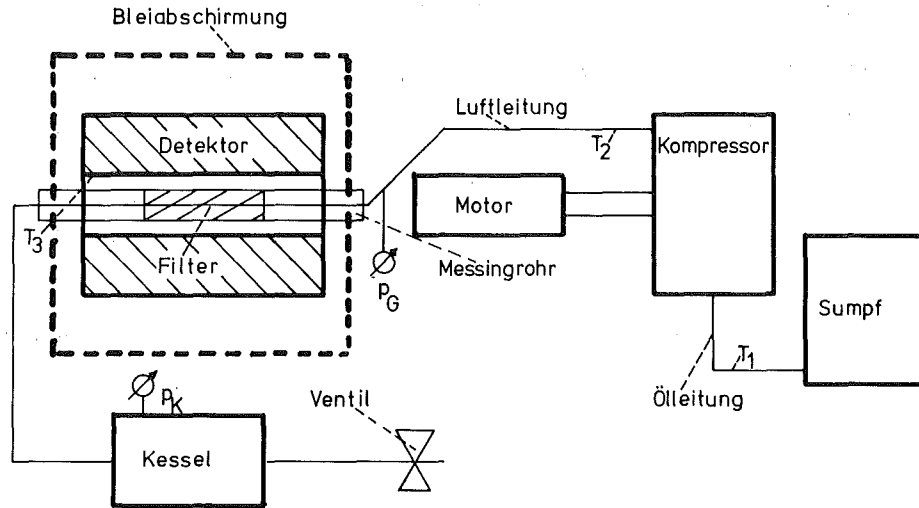


Bild 52: Schematischer Aufbau des Kompressorprüfstands

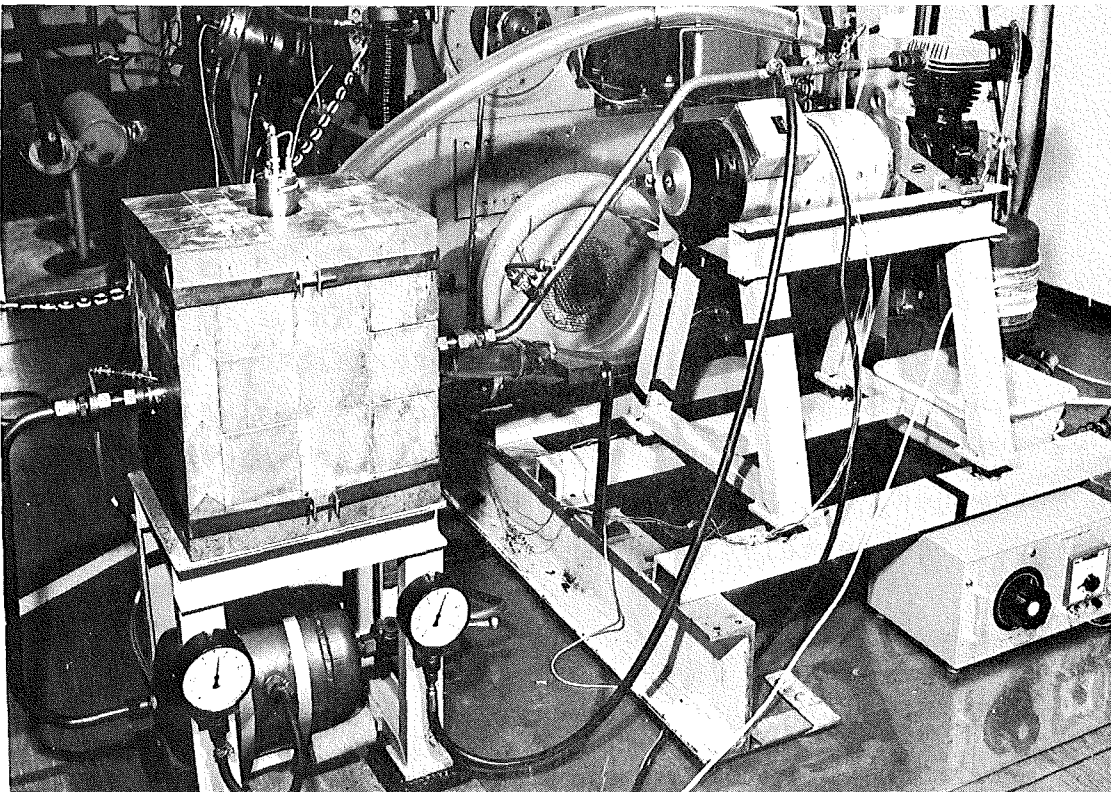


Bild 53: Kompressorprüfstand

den Filter und von hier aus über einen Druckkessel, an dem mit Hilfe eines Kugelhahns der Gegendruck eingestellt werden kann, ins Freie. Folgende Daten werden beim Betrieb gemessen: Temperatur des Öls in der Druckleitung zu den Lagern, Temperatur der komprimierten Luft 10 cm nach Kompressoraustritt, Temperatur des Detektors, mittlerer Kompressordruck und der Kesseldruck.

Für die Versuche wurden zwei verschiedene Einzylinder-Hubkolbenkompressoren von 300 und 125 cm<sup>3</sup> Hubraum verwendet. Es wurden Drehzahlen bis 3500 min<sup>-1</sup> bei Gegendrücken bis zu 8 bar gefahren.

#### 6.1.3.2 Detektor und Meßelektronik

Als Detektor wurde ein zylindrischer Plastikszintillator verwendet. Er wurde ausgewählt, weil das Plastikmaterial in großen Abmessungen zu niedrigen Preisen (im Vergleich zu Kristallzählern) angeboten wird und leicht zu bearbeiten ist (ähnlich Plexiglas). So konnte bei geringem Aufwand für die Aktivität in einem großen Filter eine nahezu 4  $\pi$ -Meßgeometrie verwirklicht werden, in der eine hohe Nachweiswahrscheinlichkeit erreicht wird. Da nur die Aktivität eines Radionuklids gemessen werden muß, wirkt sich die schlechte Energieauflösung des Plastikdetektors nicht nachteilig aus.

Der zylindrische Detektor ist axial aufgebohrt und in einem Aluminiumgehäuse lichtdicht verschlossen. Durch die Bohrung führt, von Rundschnurringen abgedichtet, ein V2A-Rohr. Am Mantel des Szintillators ist ein Fotovervielfacher auf eine polierte Fläche angeflanscht. Bild 54 zeigt den Schnitt durch den Detektor. Konzentrisch im V2A-Rohr befindet sich das Filterrohr, an das die luftführenden Leitungen angeschlossen sind. Durch den verbleibenden Spalt wird Kühlluft geblasen.

Die vom radioaktiven Öl im Filter herrührende Strahlung wird im Detektor nachgewiesen. Der verwendete Plastikszintillator NE 102 A der Firma Nuclear Enterprises Ltd. besteht aus Kohlenwasserstoffverbindungen mit einer Zusammensetzung von  $4,75 \cdot 10^{22}$  C-Atomen pro cm<sup>3</sup> und  $5,25 \cdot 10^{22}$  H-Atomen pro cm<sup>3</sup>.



Mit diesen treten die  $\gamma$ -Quanten des  $^{65}\text{Zn}$  vorwiegend nach dem Compton-Effekt in Wechselwirkung.

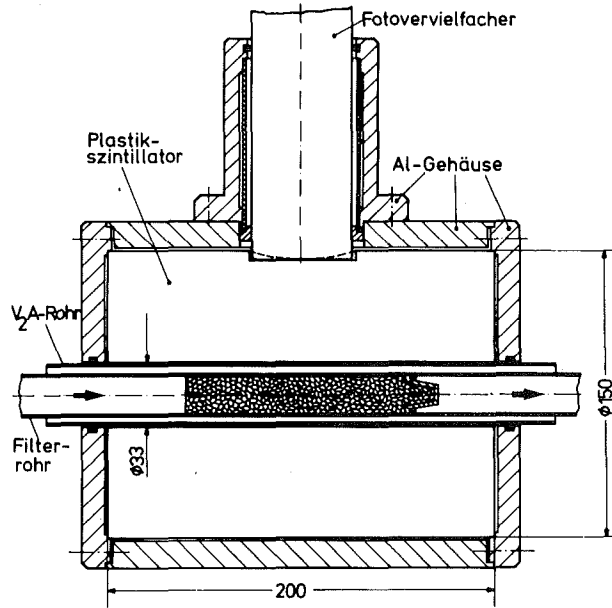


Bild 54: Schnitt durch den Detektor

Aus den mikroskopischen Wirkungsquerschnitten [ 31] lassen sich die linearen Schwächungskoeffizienten für die beiden Energien der  $\gamma$ -Strahlung des  $^{65}\text{Zn}$  errechnen (Tabelle 7).

Tabelle 7:

E MeV	$\sigma_C$ barn/atom	$\sigma_H$ barn/Atom	$\mu$ 1/cm
0,511	1,721	0,287	0,0968
1,115	1,212	0,204	0,0683

Ein  $\gamma$ -Quant der Energie 1,115 MeV tritt mit einer Häufigkeit von 49% auf. Aus dem  $\beta^+$ -Anteil von 1,7% entstehen in der nahezu  $4\pi$ -Geometrie Pulse, die einer Energie von  $2 \cdot 0,511$  MeV entsprechen mit einer Häufigkeit von 1,7%.

Für die Abschätzung der Nachweiswahrscheinlichkeit wird von einem kugelförmigen Detektor mit dem Radius der Detektordicke von 58,5 mm ausgegangen. Unter der Berücksichtigung der Strahlenschwächung in Filter- und V2A-Rohr ergibt sich eine theoretische Nachweiswahrscheinlichkeit von 0,147 Impulse pro Zerfall. Da nur ca. 63% des Spektrums für die Messung verwendet wird, ergibt sich eine Registrierwahrscheinlichkeit von 0,093 registrierte Impulse pro Zerfall. In der Praxis lag diese Nachweiswahrscheinlichkeit bei 0,098, also 5,4% höher. Die Annahmen für die Abschätzung sind somit geeignet, andere Detektorgrößen ähnlicher Form sicher auszulegen.

Als Ausgabegeräte für die Messung wurden Ratemeter, Zähler und Schreiber verwendet.

#### 6.1.3.3 Filter und Filterwerkstoffe

In dem Filterrohr befindet sich ein Filtertöpfchen aus Sinterbronze, das mit einem Rundschnurring an der Rohrwand abgedichtet ist. Davor liegt eine Schüttung von Aktivkohle der Körnung 2,5 mm. Die gesamte Filterpackung ist im Detektor von zwei Abstandshaltern symmetrisch fixiert. Der Sinterfilter soll eventuell auftretende feine Kohleabriebeilchen zurückhalten.

In Voruntersuchungen wurden für den Anwendungsfall verschiedene Filterwerkstoffe (Faserfilter, Papierfilter, Stahlwolle, Silikagel, Sinterfilter, Aktivkohle) sowie Kombinationen dieser Stoffe erprobt. Bewertungskriterien waren eine hohe Ölrückhaltefähigkeit und ein geringer Druckabfall im Filter. In Bezug auf beide Kriterien war der Aktivkohlefilter mit Sintertöpfchen die beste Lösung.

Zur Filterüberprüfung wurden zwei gleiche Filter in Serie montiert. Nach bestimmten Laufzeiten wurden die in den Filtern festgehaltenen Ölmengen im Detektor ausgemessen (Bild 55). Der

Aktivkohlefilter hält ca. 98% des Öls zurück.

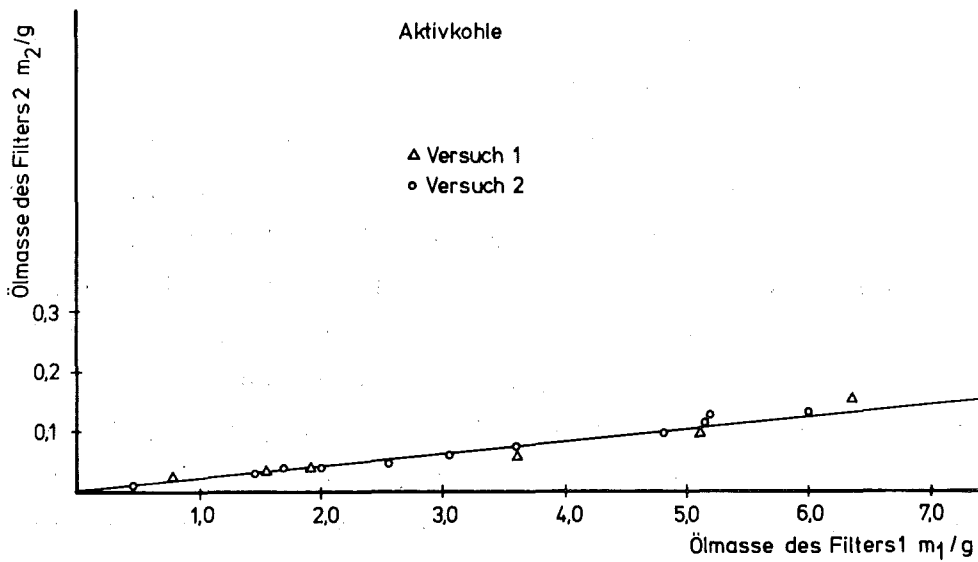


Bild 55: Rückhaltewirkung eines Aktivkohlefilters

Ein Filter mit einer Silikagel-Schüttung zeigte zu Beginn eine ähnlich gute Rückhaltewirkung, die dann jedoch stark abfällt (Bild 56). Der Druckabfall im Filter war hier erheblich größer als bei einer Aktivkohleschüttung. Er stieg mit der Laufzeit an, weil das Silikagel mit der Zeit zerkrümelte.

Nach den Filtertestläufen wurde die Aktivitätsverteilung in den Filtern über der Filterlänge ausgemessen. Für den Silikagel-filter zeigte sich eine gleichmäßige Verteilung, was eine Sättigung aller Filterschichten bedeutet. Im Aktivkohlefilter enthielten die ersten Schichten erheblich mehr Öl als die letzten Schichten - der Filter ist also noch nicht gesättigt und kann noch Öl aufnehmen (Bilder 57 und 58).

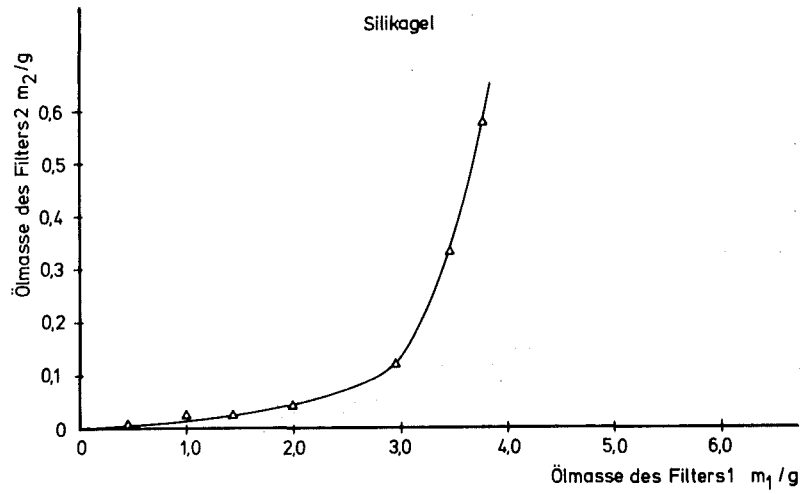


Bild 56: Rückhaltewirkung eines Silikagelfilters

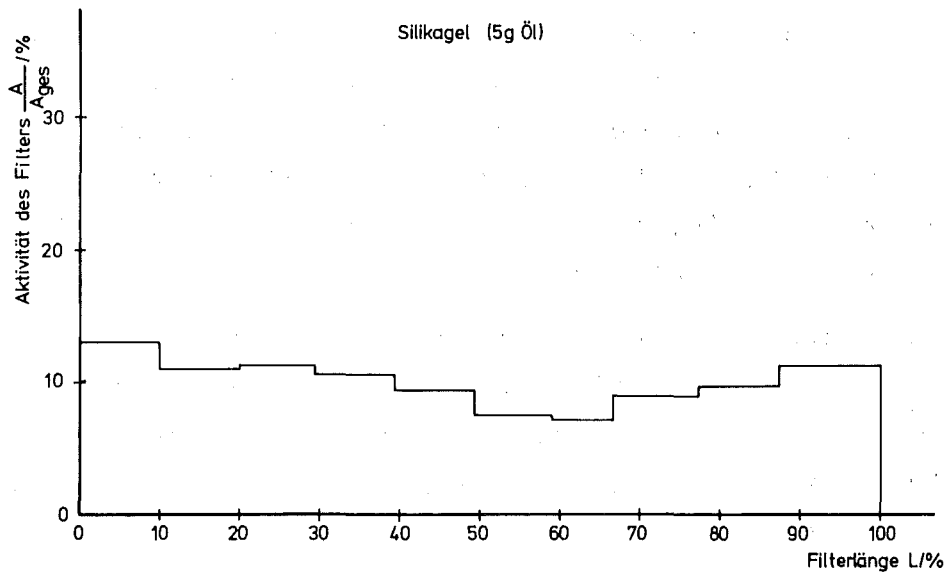


Bild 57: Aktivitätsverteilung in einem Silikagelfilter

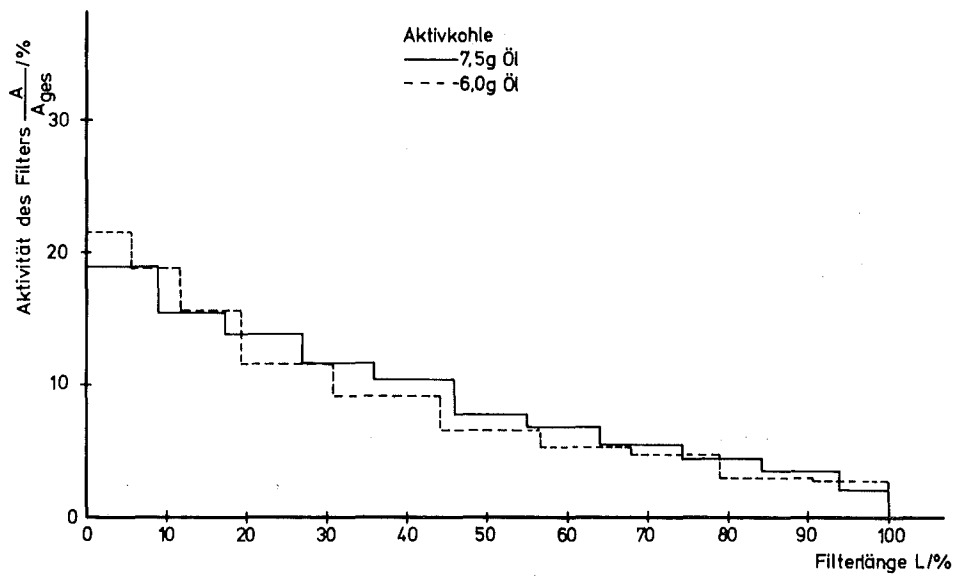


Bild 58: Aktivitätsverteilung in einem Aktivkohlefilter

Durch diese Aktivitätsverteilung entsteht ein Fehler, der durch die unterschiedliche Nachweiswahrscheinlichkeit des Detektors in Abhängigkeit von der Lage der Aktivität bewirkt wird (Bild 59). Da sich die Form der Aktivitätsverteilung bei unterschiedlich zurückgehaltenen Mengen bis zu den untersuchten Ölmengen im Filter nicht verändert, spielt dieser Fehler nur eine untergeordnete Rolle, zumal bei der Eichung dieser Aktivitätsverlauf berücksichtigt wird.

Bei den Ölverbrauchsmessungen traten starke Streuungen bei gleichen Betriebsbedingungen auf. Es war zunächst unklar, ob diese Streuungen durch ein Fehlverhalten der Meßanlage bewirkt wird oder ob der tatsächliche Ölverbrauch des Kompressors so stark schwankt. Zur Kontrolle wurden folgende Tests durchgeführt:

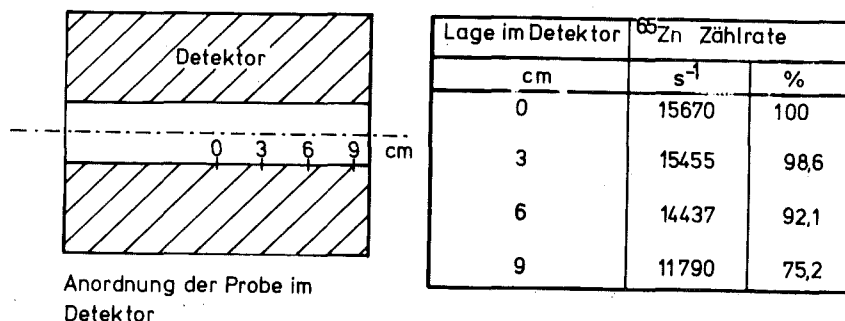


Bild 59: Nachweiswahrscheinlichkeit des Detektors in Abhängigkeit der Lage einer <sup>65</sup>Zn-Probe

Der Kompressorsumpf wurde gereinigt und mit inaktivem Öl gefüllt. Das Ölvorratsgefäß einer Druckluftwartungseinheit wurde mit ca. 5 g aktiven Öls gefüllt. Damit konnte ein externer Luftstrom vernebelt werden. Dieser aktive Luftstrom wurde bei laufendem Kompressor in die Kompressordruckluftleitung kurz vor Eintritt in den Filter, zugemischt.

Bei diesem Experiment weist der Detektor das von der Druckluftwartungseinheit verbrauchte Öl nach. Diese Ölmenge muß der Gewichts-differenz des Öls im Vorratsgefäß der Druckluftwartungseinheit entsprechen.

Während die Betriebsbedingungen des Kompressors variiert wurden, wurde ein konstanter Strom aktiven Öls aus der Druckluftwartungseinheit der Kompressordruckluft zugemischt. Der vom Detektor gemessene Ölverbrauch an aktivem Öl blieb konstant.

Die Messung der so simulierten Ölverbräuche war sehr gut reproduzierbar (Tabelle 8).

Tabelle 8:

Versuch	ÖV durch Wiegen des Ölers g	ÖV durch Messung im Detektor g	rel.Fehler %
1	2.979	2,90	2,65
2	2,895	2,90	-0,17

Die bei den Messungen auftretenden Ölverbrauchsschwankungen haben ihren Ursprung also im Verhalten des Kompressors und nicht in einem Fehlverhalten der Meßanordnung.

#### 6.1.4 Ölverbrauchsmessungen

Mit der überprüften Meßanordnung wurden Ölverbrauchsmessungen vorgenommen. Wegen der starken Streuungen des Ölverbrauchs wurde jede Meßserie jeweils in gleicher Weise 6 mal gefahren. Bei der Auswertung wurden extrem herausfallende Werte nicht für die Mittelwertbildung verwendet. Tabelle 9 zeigt die Meßwerte.

Tabelle 9:

Ölverbrauch in  $gh^{-1}$  bei 15 bar Gegendruck

n / $min^{-1}$	2500	2750	3000	3250	3500
Lauf 1	0,16	0,51	3,13	5,36	5,94
Lauf 2	0,64	1,43	3,21	5,22	4,23
Lauf 3	0,29	0,91	3,84	6,77	5,39
Lauf 4	0,13	1,34	3,16	2,53	3,30
Lauf 5	4,22	2,26	3,43	7,60	5,79
Lauf 6	0,40	1,34	1,55	3,90	10,04
Mittelwerte	0,32	0,87	3,35	5,77	4,93

Bild 60 zeigt Ölverbrauchskurven des Kompressors über der Drehzahl bei verschiedenen Gegendrücken.

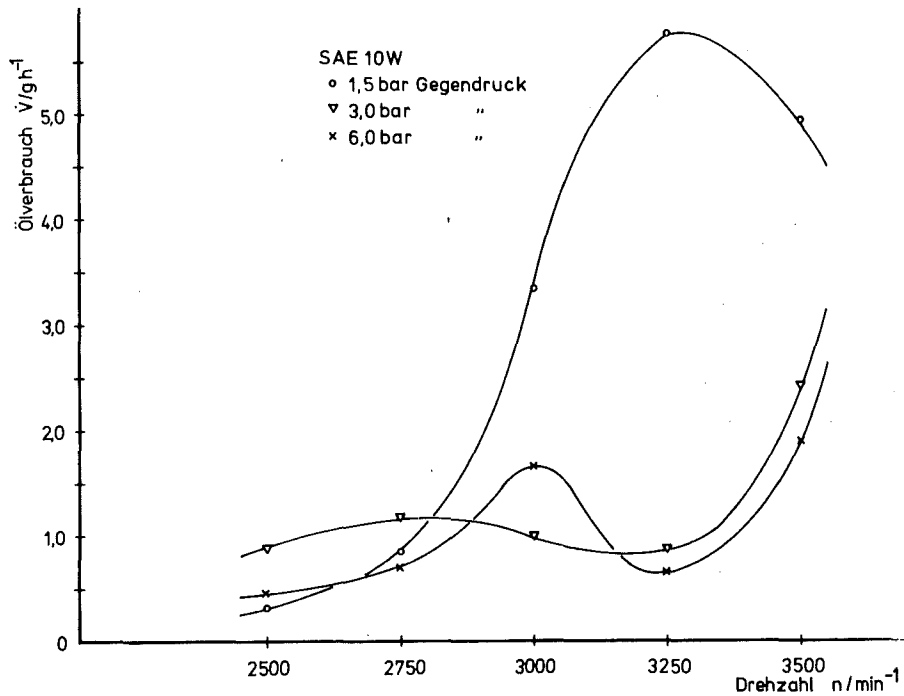


Bild 60: Ölverbrauch in Abhängigkeit von der Kompressor-drehzahl

Bild 61 zeigt das Schreiberprotokoll eines Meßlaufs. Zu Beginn der Messung wurde der neue Filter eingebaut und die Untergrundzählrate bestimmt. Danach wurden 0,234 g Öl aus dem Kompressorsumpf in den Filter gegeben. Die Impulsrate stieg um  $46 s^{-1}$ . Ein Gramm Öl wird also mit  $197 s^{-1}$  angezeigt.

Der kalte Kompressor wurde auf  $3000 min^{-1}$  gefahren (Gegendruck 2 bar). Nach ca. 15 Minuten haben sich konstante Temperaturen eingestellt und der Ölverbrauch bleibt konstant bei  $2,85 g \cdot h^{-1}$ . Nach einem Drehzahlwechsel auf  $1995 min^{-1}$  stellt sich nach einer Übergangszeit von ca. 3 Minuten ein konstanter Ölverbrauch von  $0,43 g \cdot h^{-1}$  ein. Nach dem Betriebspunkt  $2245 min^{-1}$  wurde der Schreibernullpunkt um 100% unterdrückt. Nach Ausschalten des Kompressors bleibt die Zählrate konstant.



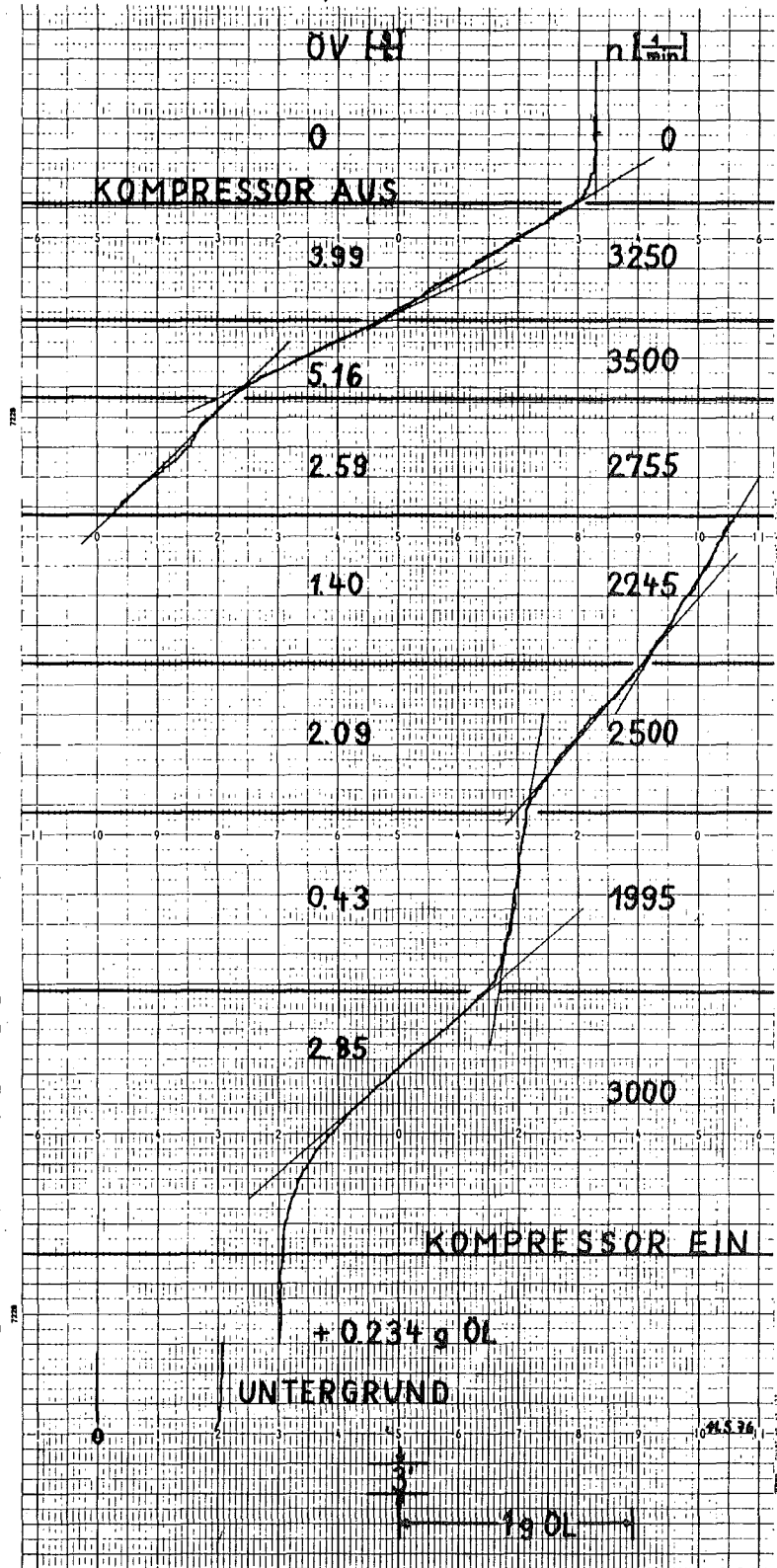


Bild 61: Protokollschrieb des Ölverbrauchs eines Kompressorlaufs mit 7 Betriebspunkten

Für einen Betriebspunkt wurden im Mittel 15 Minuten Meßzeit benötigt. Bei dieser Meßzeit beträgt der Fehler, der von der statistischen Natur des radioaktiven Zerfalls herrührt, ca.  $\pm 2,5\%$ . Bei der spezifischen Aktivität des verwendeten Öls können bei einer Meßzeit von 30 Minuten noch Ölverbräuche von  $0,02 \text{ g} \cdot \text{h}^{-1}$  aufgelöst werden. Die Empfindlichkeit der Meßanordnung kann bei Bedarf durch Erhöhung der spezifischen Ölaktivität noch verbessert werden.

## 6.2 Ölverbrauchsmeßsystem mit inaktiver Zn-Markierung

In Kapitel 2 wurden die Veränderungen des Öls im Betrieb beschrieben, aus denen dem Einsatzbereich der Meßmethode entsprechend bestimmte Anforderungen an die Ölmarkierung gestellt wurden.

Ein Extremfall ist der thermisch hoch belastete Verbrennungsmotor, wo mit Tritium gearbeitet werden muß und die Zinkmethode versagt. Der andere Extremfall ist der Kompressor, wo die Tritiummethode versagt und mit  $^{65}\text{Zn}$  gearbeitet wird.

Im Folgenden wird eine vierte Meßeinrichtung vorgestellt, die eine einfache Anwendung auf nicht befeuerte (fremdangetrieben) Verbrennungskraftmaschinen und befeuerte Maschinen erlaubt, bei denen die thermische Belastung gering ist (z.B. niedrige Last, Wasserkühlung).

### 6.2.1 Meßmethode

Es wird mit einem handelsüblichen HD-Öl gefahren, dessen Zinkgehalt gegebenenfalls durch einen Zusatz von Zinkadditiven erhöht wird.

In die Abgasleitung wird ein Aktivkohlefilter eingebaut. Dieser Filter adsorbiert die Öldämpfe des Abgases wie bei der Ölverbrauchsmeßmethode für Kompressoren.

Nach der gewählten Betriebszeit des Motors wird der Filter ausgebaut und die Aktivkohle mit Hilfe der Röntgenfluoreszenzmessung auf ihren Zinkgehalt untersucht.

### 6.2.2 Ölmarkierung

Eine Markierung des Öls ist nicht erforderlich, wenn das verwendete Öl bereits ausreichend Zink enthält. Handelsübliche Öle enthalten bereits in der Größenordnung von 1000 ppm Zink. Durch einen Zusatz von Zinkadditiven, die ohnehin im Öl enthalten sind, werden Genauigkeit und Empfindlichkeit der Messung jedoch verbessert.

Das bei den folgenden Versuchen verwendete SAE 20 W 20 enthielt 1000 ppm Zink. Durch einen Zusatz von Zinkdialkyldithiophosphat wurde der Zinkgehalt auf 1750 ppm erhöht.

### 6.2.3 Meßeinrichtung

Die Meßeinrichtung besteht aus einem mit Argon gefüllten Proportionalzähler und einer üblichen Auswertelektronik. (Ein RFA-Meßplatz mit Halbleiterdetektor könnte ebenso Verwendung finden.) Der Detektor selbst hat ein Berylliumfenster von 50 mm Durchmesser. Direkt darüber befindet sich eine Strahlungsquelle von 30 mCi  $^{238}\text{Pu}$ , die zum Detektor hin mit 2 mm Blei abgeschirmt ist. Darüber steht ein Meßbehälter aus Plexiglas mit 0,5 mm dickem Boden. Im Meßbehälter befindet sich die Aktivkohle aus dem Filter.

Die Röntgenstrahlen des  $^{238}\text{Pu}$  erzeugen im Zink, das sich in dem von der Aktivkohle adsorbierten Öldämpfen befindet, die charakteristische Röntgenstrahlung von 8,6 keV. Diese gelangt in den Detektor und wird hier im Zusammenhang mit der Auswertelektronik registriert. Die angezeigte Impulsrate ist dem Zinkgehalt der Aktivkohle und damit der im Filter aufgesammelten Ölmasse proportional.

Vor einer Messung muß sichergestellt sein, daß sich im Meßbehälter so viel Aktivkohle befindet, daß eine Schichtdicke erreicht wird, die sicher oberhalb der Sättigungsdicke für die Röntgenfluoreszenzanalyse liegt. Bild 62 zeigt die Impulsrate über dem Volumen an Aktivkohle. Um im sicheren Bereich zu arbeiten, wurde das Filtervolumen auf 200 ml festgelegt. Die Sättigungsschichtdicke ist bei der verwendeten Anordnung bereits

bei ca. 150 ml erreicht.

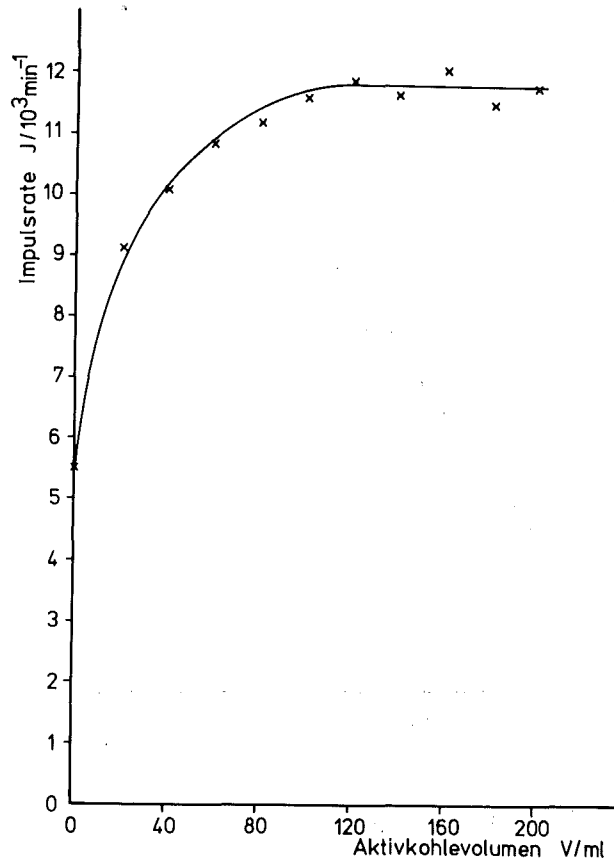


Bild 62: Impulsrate in Abhängigkeit vom Aktivkohlevolumen (Bestimmung der RFA-Sättigung)

Die Meßanordnung wurde mit demselben Öl geeicht, wie es bei den späteren Versuchen verwendet wurde (1750 ppm Zink). Dazu wurden unterschiedliche Mengen dieses Öls intensiv mit Aktivkohle vermischt und mit der Meßanordnung ausgemessen. Bild 63 zeigt den Verlauf der Impulsrate über der in der Aktivkohle enthaltenen Ölmasse. Bei einer Meßzeit von 10 Minuten wird 1 g Öl mit 5571 Impulsen nachgewiesen.

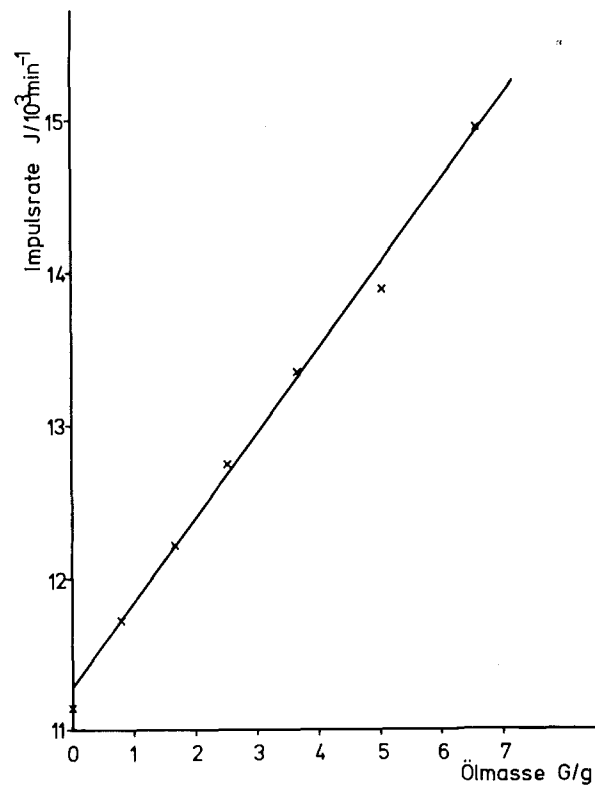


Bild 63: Eichgerade für RFA

#### 6.2.4 Ölverbrauchsmessungen

Die Versuche wurden am Motor A durchgeführt. Von diesem Motor ist bekannt, daß er einen geringen selektiven Ölverbrauch hat. Die Kühlwasseraustrittstemperatur wurde auf 48<sup>0</sup>C geregelt und es wurde ohne Last gefahren. Für jeden Betriebspunkt wurden 15 Minuten benötigt.

Bild 64 zeigt die gemessenen Impulsraten über der Drehzahl und die mit Hilfe von Bild 63 daraus ermittelten Ölverbräuche.

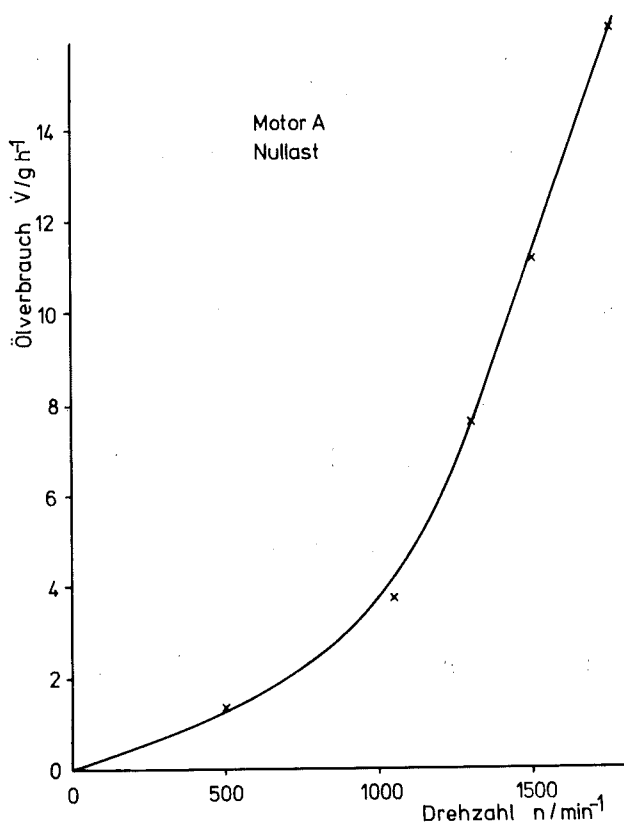


Bild 64: Ölverbräuche des Motor A in Abhängigkeit der Drehzahl bei Nullast

### 6.3 Vergleich der Ölverbrauchsmeßsysteme mit aktiver und inaktiver Zinkmarkierung

Die wesentlichen Gemeinsamkeiten der beiden vorgestellten Meßsysteme liegen in der Art der Markierung. In beiden Fällen dient Zink der Additivverbindungen als Tracer. Damit ist der Anwendungsbereich der Meßsysteme beschränkt: Diese Verfahren sind nur für Kolbenmaschinen mit vernachlässigbar kleinem selektiven Ölverbrauch zulässig.

Beim Meßsystem mit  $^{65}\text{Zn}$ -Markierung ist eine einfache und billige Reaktoraktivierung möglich. Die Meßanordnung ist robust und fiel innerhalb der Versuchszeiten von mehreren Monaten nie aus. Sie ist leicht zu handhaben. Die Einsatzzeit eines Filters ist größer als 5 h, ein Filterwechsel dauert weniger als 5 Minuten.

Mit diesem Meßsystem steht ein Werkzeug zur Verfügung, mit dem schnell, genau und billig Ölverbräuche von Kompressoren gemessen werden können. Es ist auch ein Einsatz an Verbrennungskraftmaschinen denkbar, wenn die Maschine entweder nicht befeuert oder thermisch nicht belastet ist. Parameter wie Ringformen, Art der Ringbestückung, Spiele, Rauigkeiten u.a. können schnell untersucht werden.

Das Meßsystem mit inaktiver Zinkmarkierung arbeitet im Normalfall mit handelsüblichem Öl, das in keiner Weise zur Messung vorbereitet werden muß. Damit können Messungen durchgeführt werden und der Prüfstand bleibt völlig frei von Radioaktivität. Im Auswertlabor befindet sich die Meßanordnung mit einem geschlossenen radioaktiven Strahler. Durch diese Trennung bereitet der Strahlenschutz keinerlei Probleme.

Im Gegensatz zum  $^{65}\text{Zn}$ -Verfahren ist das RFA-Verfahren diskontinuierlich.

## 7. Z U S A M M E N F A S S U N G

Das Schmieröl von Kolbenmaschinen wird nach zwei unterschiedlichen Mechanismen verbraucht:

1. Beim selektiven Ölverbrauch werden die leichtsiedenden Bestandteile des Öl verstärkt verbraucht.
2. Beim nichtselektiven Ölverbrauch werden alle Ölbestandteile proportional zu den Siedeanteilen verbraucht wie sie im Gesamtöl vorkommen.

Der selektive Ölverbrauch wurde in verschiedenen Maschinen und bei unterschiedlichen Betriebsbedingungen untersucht.

Je höher die Temperaturbelastung des Öls im Kolben-Zylinderbereich ist, umso größer ist sein Einfluß (luftgekühlte Motoren bei Vollast). Bei thermisch niedrig belasteten Maschinen (Luftkompressor) ist der selektive Ölverbrauch vernachlässigbar klein.

Der selektive Verbrauchsmechanismus stellt klare Forderungen an eine Markierung: Damit Tracerverbrauch und Ölverbrauch unter allen Einsatzbedingungen einander proportional sind, muß ein Meßöl, das beim Betrieb einen nennenswerten selektiven Verbrauch hat, in allen Siedebereichen gleiche spezifische Aktivität aufweisen.

Nach physikalischen und chemischen Gesichtspunkten wurden die bekannten Radionuklide auf ihre Verwendbarkeit hin untersucht. Die Anforderung einer Gleichmarkierung des gesamten Siedebereichs kann nur mit Tritium erfüllt werden. Kann der selektive Ölverbrauch, wie z.B. bei Luftkompressoren, vernachlässigt werden, ist eine Markierung mit  $^{65}\text{Zn}$  möglich.

Aus diesem Grund teilt sich die Arbeit in zwei Richtungen auf. Es wurden vier unterschiedliche Meßeinrichtungen entwickelt und erprobt. Sie unterscheiden sich in der Art der Markierung und in der Nachweismethode.

Zwei Meßeinrichtungen dienen der Ölverbrauchsmessung an thermisch hochbelasteten Maschinen, bei denen ein nennenswerter selektiver Ölverbrauch stattfindet. Das Schmieröl ist mit Tritium über seinen gesamten Siedebereich gleichmäßig markiert. Die spezifische Ölaktivität bei den durchgeführten Versuchen betrug  $35 \mu\text{Ci g}^{-1}$ . Mit dem Ölverbrauch gelangt ein Aktivitätsstrom ins Abgas. In die Abgasleitung wird ein zusätzlicher konstanter Aktivitätsstrom zugemischt. Vor und hinter der Zumischstelle wird je ein Teilstrom entnommen und zur Ölverbrauchsbestimmung herangezogen.

Hierdurch wird die sonst notwendige Messung der Motoreingangsdaten vermieden.

Die beiden Meßeinrichtungen unterscheiden sich in der Art des Tritiumnachweises.



Bei dem Verfahren 1 werden Abgasproben in Beutel abgefüllt. Die spezifischen Aktivitäten dieser Proben werden anschließend mit einem Proportionalzähler in der Gasphase bestimmt und daraus wird der Ölverbrauch berechnet. Wegen der sehr kurzen Probenahmezeit von wenigen Sekunden können auch Übergangslölvverbräuche, z.B. beim Betriebspunktwechsel, gemessen werden. Die Tritiummessung in der Gasphase ist nicht ganz unproblematisch und gegen eine Vielzahl von Störungen anfällig.

Beim Verfahren 2 werden die beiden Teilströme katalytisch nachverbrannt und in Wärmetauschern wird Verbrennungswasser ausgefällt. Die Wasserproben werden mit Flüssigszintillator versetzt und in einem Flüssigszintillationsmeßplatz werden die spezifischen Aktivitäten bestimmt. In gleicher Weise wie im Verfahren 1 ergibt sich hieraus der Ölverbrauch. Dieses Verfahren erfordert Probenahmezeiten von einigen Minuten, ist damit langsamer als Verfahren 1, dafür jedoch in der Handhabung unproblematisch und störunanfällig. Hier besteht sogar die Möglichkeit zur Automatisierung.

Die Meßeinrichtungen 3 und 4 sind nur für solche Maschinen und Betriebspunkte bei denen kein nennenswerter selektiver Ölverbrauch stattfindet. Das Verfahren 3 wurde zur Ölverbrauchsmessung an Luftkompressoren angewendet. Das Öl wird mit  $^{65}\text{Zn}$  markiert und das verbrauchte Öl wird mit Hilfe eines Filters in einem Plastiksintillator nachgewiesen.

Als Markierungssubstanz dient ca. 1 g (im Öl enthaltenes) Zinkdialkyldithiophosphat, das im Reaktor bei einer Neutronenflußdichte von  $8 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  eine halbe Stunde bestrahlt wird. Bei einer Verdünnung mit 3 Litern Öl können in der verwendeten Detektoranordnung bei einer Meßzeit von 30 Minuten noch Ölverbräuche bis zu  $0,02 \text{ g} \cdot \text{h}^{-1}$  gemessen werden.

Mittlere Ölverbräuche von  $1 \text{ g} \cdot \text{h}^{-1}$  sind bei einer Meßzeit von 15 Minuten mit einem Fehler von  $< 5\%$  behaftet.

Die Meßanordnung erwies sich als robust und störunanfällig. Mit ihr konnten problemlos und schnell Ölverbrauchsparemeter untersucht werden.

Das vierte Verfahren arbeitet ohne radioaktive Markierung des Öls. Als Tracer wird das in handelsüblichen Ölen enthaltene Zink verwendet, dessen Konzentration gegebenenfalls erhöht wird, um die Meßgenauigkeit zu erhöhen. In der Abgasleitung befindet sich ein Filter aus Aktivkohle, der die Öldämpfe und damit auch die Zinkverbindungen adsorbiert. Der Filter wird nach einer Motorlaufzeit von 15 Minuten ausgebaut und sein Zinkgehalt mit Hilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse bestimmt. Als Anregungsquelle dienten hierfür 30 mCi  $^{238}\text{Pu}$ . Voraussetzung für die Anwendbarkeit dieses Verfahrens ist wiederum das Fehlen eines selektiven Ölverbrauchs. Das Verfahren wurde an einem thermisch niedrig belasteten Verbrennungsmotor bei Nullast erprobt.

8. L I T E R A T U R V E R Z E I C H N I S

- 1 Coon, I.S.,  
Loeffler, D.E.: Routes of Crankcase Oil Loss  
SAE Trans 67 (1959) S.59-70
- 2 Davis, L.L.,  
Best, R.D.: The Effect of Volatility on Oil  
Consumption  
ASTM Proc. 35/2 (1935) S.608-626
- 3 Georgi, C.W.: Motor Oil Consumption Characteristics  
SAE Trans 3 (1949) S.431-443
- 4 Orrin, D.S.,  
Coles, B.W.: Effects of Engine Oil Composition on  
Oil Consumption  
SAE Paper 710141
- 5 Warrick, F.,  
Dykehouse, R.: An Advanced Radiotracer Technique for  
Assessing and Plotting  
Oil Consumption in Diesel and Gasoline  
Engines  
SAE Paper 700052, S.144-148
- 6 Guinn, V.P.,  
Coit, R.A.: Measuring Oil Consumption with Tritium  
Tracers  
Nucleonics Dec. 1959, S.112-117
- 7 Evans, R.: A Tritium Tracer Technique for the  
Measurement of Oil  
Consumption in Gasoline and Diesel  
Engines  
Int. Journ. of Appl. Rad. and Isot.  
Voll.24, 1973, S.19-27
- 8 Lowther, H.V.: Some Factors Affecting Engine Oil  
Consumption  
SAE Preprint 8.Nov. 1956
- 9 Overcash, R.L.,  
Hart, W.,  
McClure, D.J.: How Do Volatility, Viscosity and V.I.  
Improvers Affect Oil Consumption ?  
SAE Preprint 9.1.1956

- 10 Bäumler, H.: Messungen und Einflußgrößen zum Ölverbrauch in Verbrennungsmotoren  
ATZ 67/9, S.309-314
- 11 Mayer, W.J.,  
et al: Rapid, Precise Measurement of Engine Oil Economy by a Radiometric Method  
SAE Trans 1966, S.258-270
- 12 Poberescin, M.,  
Sunderman, D.N.,  
Fithian, E.J.: A Study, Using Radioactive Lubricating Oil, of the Rate of Oil Consumption in an Operating Diesel Engine  
ASME Paper 58-A-143 (1958)
- 13 Schilling, A.: Automobile Engine Lubrication  
Scientific Publications (G.B.) LTD 1972
- 14 Auerhammer, W.,  
Benteile, W.: Methoden zur Ölverbrauchsmessung in Verbrennungsmotoren unter besonderer Berücksichtigung der Tritium-Durchflußmethode  
MTZ 32 (1971) 3, S.84-90
- 15 Bryan, F.R.,  
Neerman, J.C.,  
Hinsch, J.E.: Metallic Tracer Method for Determining Lubricant in Engine Exhaust  
SAE Trans 69 (61), S.204-211
- 16 Fock, M.: Ein neues radiometrisches Meßverfahren zur kontinuierlichen Bestimmung des Ölverbrauchs von Benzinmotoren  
ATZ 73 (1971) 3, S.75-79
- 17 Sachdev, K.,  
Nautiyal, P.C.: Development of a Radiometric Technique for Measuring Lubricating Oil Consumption in an I.C. Engine  
Int. Journ. of Appl. Rad. and Isot. Vol. 22, 1971, S.399-403
- 18 Garnett, J.L.: Catalytic Tritium Labelling Attractive for Organics  
Nucleonics Dec. 1962, S.86-91

- 19 Starkman, E.S.: A Radioactive Tracer Study of Lubricating Oil Consumption  
SAE Trans 69 (1961), S.86-100
- 20 Dykes, P.deK.: Investigation into the Mechanism of Oil Loss Past Pistons  
Proc. Inst. Mech. Engrs. 171 (1957), S.413-426
- 21 Englisch, C.: Kolbenringe  
Springer Verlag Wien 1958
- 22 Englisch, C.: Ölringe und Ölverbrauch mittlerer und großer Verbrennungsmotoren  
MTZ 23 (1962) 11, S.407-411
- 23 Firey, J.C.,  
Thayer, W.J.: Cylinder Wall Drying of Oils and Relation of Cold Engine Wear  
SAE Paper 670940
- 24 Furuhamma, S.,  
Oya, Y.: A Study of the Oil Loss Through the Piston  
Bulletin of ISME Vol.6, No.22 (1963), S.378-387
- 25 N.N.: Ölverbrauch von 4-Takt-Tauchkolbenmotoren  
Goetzewerke K 18, Drucksache Nr.104/9.75  
Burscheid
- 26 Holzer, H.: Zylinderverschleiß in Verbrennungsmotoren  
R.Oldenbourg 1952 München - Wien
- 27 Oliver, G.R.: A Note on Oil Consumption in I.C. Engines  
MIRA Report 1953
- 28 Abou-Bakr, M.S.: Thermogravimetrische Untersuchungen zur Zersetzung von Zink-Di-Alkyl-Dithiophosphaten  
Dissertation TH Clausthal 1967

- 29 Ashford, J.S., Bretherick, L., Gould, P.: The Thermal Decomposition of Zinc Di-(4-Methylpentyl-2) Dithiophosphate  
Journ. of Appl. Chem. Vol.15 (1965), S.170-178
- 30 Brazier, A.D., Elliott, J.S.: The Thermal Stability of Zinc Dithiophosphates  
Journ. of the Inst. of Petr. Vol.53 (1967) No. 518, S.63-76
- 31 Siegbahn, K.: Alpha-, Beta- and Gamma-Ray Spectroscopy  
North Holland Publishing Company  
Amsterdam 1966, Vol.1
- 32 Bayly, R.J., Evans, E.A.: Storage and Stability of Compounds Labelled with Radioisotopes  
Amersham, The Radiochemical Centre Ltd.  
Review No.7, 1968
- 33 Neuert, H.: Kernphysikalische Meßverfahren zum Nachweis für Teilchen und Quanten  
Braun-Verlag, Karlsruhe 1966
- 34 Diethorn, W.: A Methane Proportional Counter System for Natural Radiocarbon Measurements  
USAEC Report No NYO-6628 (1956)
- 35 Baumgärtner, F.: Tabelle zur Neutronenaktivierung  
Verlag K.Thiemig KG, München 1967
- 36 Wilkinson, D.H.: Ionisation Chambers and Counters  
Cambridge, At the University Press 1950
- 37 Fünfer, E., Neuert, H.: Zählrohre und Szintillationszähler  
Verlag G.Braun, Karlsruhe 1959

A N H A N G

## N O M E N K L A T U R

A	Aktivität	$\mu\text{Ci}$
$\bar{A}$	spez. Abgasaktivität	$\mu\text{Ci} \cdot \text{l}^{-1}$
$a_s$	spez. Aktivität	$\mu\text{Ci} \cdot \text{g}^{-1}$
$\bar{a}_s$	mittlere spez. Aktivität	$\mu\text{Ci} \cdot \text{g}^{-1}$
$a_{\ddot{o}}$	spez. Ölaktivität	$\mu\text{Ci} \cdot \text{g}^{-1}$
$a_W$	spez. Wasseraktivität	$\mu\text{Ci} \cdot \text{g}^{-1}$
$a_Z$	spez. Aktivität d. Zumischstroms	$\mu\text{Ci} \cdot \text{l}^{-1}$
$a_z$	spez. Aktivität d. zugemischten Wassers	$\mu\text{Ci} \cdot \text{g}^{-1}$
D	Destillat	%
E	Energie	MeV
f	Wassergehalt d. Luft	l
$\dot{G}$	Abgasstrom	$\text{l} \cdot \text{h}^{-1}$
I	Impulsrate	$\text{min}^{-1}$
k	Wasserbildungskonstante des Kraftstoffs	l
$\dot{K}$	Kraftstoffstrom	$\text{g} \cdot \text{h}^{-1}$
L	Filterlänge	%
$\dot{L}$	Luftstrom	$\text{g} \cdot \text{h}^{-1}$
m	Masse	g
N	Impulsausbeute	$\frac{10^6 \text{ min}^{-1}}{\mu\text{Ci} \cdot \text{cm}^{-3}}$
n	Drehzahl	$\text{min}^{-1}$
$\ddot{o}V$	spez. Ölverbrauch	$\text{g} \cdot \text{kW}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$
$P_{me}$	Mitteldruck	bar
$\Delta p$	Druckdifferenz	mbar
S	selektiver Ölverbrauch	%
T	Temperatur	$^{\circ}\text{C}$
$\Delta T$	Temperaturverschiebung	$^{\circ}\text{C}$



t	Zeit	h, s
U	Detektorspannung	kV
$U_F$	Untergrundzählrate (Flüssig-Gasphase)	$\text{min}^{-1}$
$U_G$		$\text{min}^{-1}$
V	Volumen	ml
v	Wasserbildungskonstante des Öls	l
$\dot{V}$	Ölverbrauch	$\text{g} \cdot \text{h}^{-1}$
W	Nachweiswahrscheinlichkeit	%
$\dot{W}$	Wasserstrom	$\text{g} \cdot \text{h}^{-1}$
Z	Zinkgehalt	%, ppm
$\dot{Z}$	Zumischstrom	$\text{l} \cdot \text{h}^{-1}$
$\dot{z}$	zugemischter Wasserstrom	$\text{g} \cdot \text{h}^{-1}$
$\sigma_C$	mikroskopischer Wirkungsquerschnitt für Kohlenstoff bzw. Wasserstoff	$\text{barn} \cdot \text{atom}^{-1}$
$\sigma_H$		
$\mu$	linearer Schwächungskoeffizient	$\text{cm}^{-1}$
$\tau_{1/2}$	Halbwertszeit	h, d, a

Daten der Versuchsmotoren:

Motorbezeichnung	Hubvolumen cm <sup>3</sup>	Hub mm	Bohrung mm	Zyl. Zahl	eff.Leistung kW	(Drehzahl) min <sup>-1</sup>	mittl.eff. Druck bar	Bauart	Kühlmittel
A	850	120	95	1	8,8	2000	6,2	Einz./ Diesel	Wasser
B	1988	83,5	87	4	40,5	4200	5,8	Reihe/ Diesel	Wasser
C	2826	120	100	3	40,5	2800	6,1	Reihe/ Diesel	Luft
D	4160	120	105	4	48	2175	6,3	Reihe/ Diesel	Wasser
E	15950	130	125	10	235	2650	6,7	V/Diesel	Luft
F	1285	69	77	4	32	4200	7,2	Boxer/ Otto	Luft

Betriebsbedingungen für den Kombi-Test, Motor B

Kalt-Warm-Test:

60 h Versuchszeit (36 h Laufzeit)  
2,25 min 4500 min<sup>-1</sup>/Vollast  
1,5 min Stillstand  
Kühlmittelaustrittstemperatur wechselnd  
zwischen 90 und 38<sup>0</sup>C

Mittlerer Drehzahl-Test:

50 h Versuchszeit  
3250 min<sup>-1</sup>/Vollast

Heiß-Test:

36 h Versuchszeit  
4500 min<sup>-1</sup>/Vollast